

# Entwicklung eines Prüfstandes zur rückführbaren Kalibrierung von Cantilevern

Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktoringenieur (Dr.-Ing.)

vorgelegt der Fakultät für Maschinenbau  
der Technischen Universität Ilmenau

von Herrn Oliver Dannberg, M.Sc.

1. Gutachter: Univ.-Prof. Dr. -Ing. habil. Thomas Fröhlich
2. Gutachter: Dr. -Ing. Michael Kühnel
3. Gutachter: Prof. Dr. -Ing. habil. Lutz Krause

Tag der Einreichung: 13.03.2020

Tag der wiss. Aussprache: 17.06.2020

urn:nbn:de:gbv:ilm1-2020000578





# Danksagung

Diese Arbeit entstand im Rahmen des Graduiertenkollegs: „NanoFab“ am Institut für Prozessmess- und Sensortechnik der Technischen Universität Ilmenau.

Ich möchte mich an dieser Stelle ganz herzlich bei meinem Doktorvater Prof. Thomas Fröhlich für die wissenschaftliche Betreuung meiner Arbeit und die konstruktiven Diskussionen bedanken.

Mein besonderer Dank gilt zudem Dr. Michael Kühnel für seine umfassende Betreuung und die Hilfe bei der Einarbeitung in das Thema.

Bei Ronny Wenig möchte ich mich für Unterstützung bei der Konstruktion des Wägebalkens und die zahlreichen Ideen bedanken.

Dankbar bin ich außerdem Martin Lindner für seine Hilfe als wissenschaftliche Hilfskraft bei der Ansteuerung der Geräte.

Martin Hofmann danke ich für die Messungen der Cantileverspitze im Rasterelektronenmikroskop.

Allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts und im Besonderen meinen Kollegen im Schützenhaus danke ich für das fantastische Arbeitsklima, die fachliche Unterstützung und die zahlreichen Diskussionen.

In den letzten drei Jahren habe ich viel gelernt und stets Freude bei der Bearbeitung des abwechslungsreichen Themas gehabt.

Zu guter Letzt möchte mich bei meiner Freundin Sandra für die Unterstützung, besonders während der stressigen Zeiten bedanken.



## Kurzfassung

Zur rückführbaren Messung von Kräften im Bereich von Nanonewton werden typischerweise AFM Cantilever verwendet, deren Durchbiegung in guter Näherung proportional zur eingeleiteten Kraft ist. Die Proportionalitätskonstante zwischen den Größen wird durch die Steifigkeit des Cantilevers beschrieben. In dieser Arbeit wird die Konzeption, Entwicklung und Analyse eines Prüfstandes zur Vermessung der Steifigkeiten von Cantilevern beschrieben. Dazu wird der Cantilever an einem Halter befestigt und durch einen Piezoantrieb auf die Oberfläche eines Diamanttasters gedrückt. Die Auslenkung des Cantilevers wird durch ein Differenzinterferometer und die dafür notwendige Kraft mit einer neu entwickelten EMK-Wägezelle gemessen. Der Mechanismus der monolithischen Wägezelle ist durch die Verwendung eines einzelnen Drehgelenks sehr weich und ermöglicht dadurch eine hohe Kraftauflösung. Die Position des Wägebalkens wird durch ein weiteres Differenzinterferometer gemessen und mit einem PID-Regler zu Null geregelt. In zwei unabhängigen Verfahren wurde in guter Übereinstimmung die effektive Kraftkonstante der Wägezelle auf  $B\ell = 25,9 \text{ mN/A}$  bestimmt. Der Prüfstand wurde hinsichtlich seiner Eigenschaften untersucht und die Einflussgrößen auf die Messunsicherheit der Cantileversteifigkeit identifiziert. Die Kalibrierung eines weichen Cantilever ergab eine relative Messunsicherheit von 1,5 % ( $k = 2$ ) bei einer Kalibrierkraft  $< 100 \text{ nN}$ . Bei der anschließenden Untersuchung der Spitze waren keine Schäden festzustellen. Die Messung eines zweiten Cantilevers ergab eine gute Wiederholbarkeit der Kalibrierergebnisse. Außerdem wurden die durch diesen Prüfstand erzielten Ergebnisse mit den Resultaten eines anderen Prüfstandes verglichen und zeigten gute Übereinstimmung.



# Abstract

Traceable measurements of forces in the range of Nanonewtons are typically done with AFM cantilevers. As a good approximation, the cantilever deflection is proportional to the applied force. This thesis describes the development of a calibration device that measures the stiffness of cantilevers by pushing them on a diamond surface. The cantilever is moved by a piezo stage while an interferometer measures its position. A novel load cell measures the force that is applied to the diamond according to the electromagnetic force compensating principle. Its single pivot design results in a soft mechanism that deflects under the load of the cantilever force. The deflection of the load cell is measured by another interferometer with a sub nanometer resolution. During the force measurement, the current through the coil is controlled by a PID controller. The effective force constant of the load cell has been measured in two independent ways with a good agreement. In several experiments, the metrological properties of the device were determined as well as the contribution factors to the uncertainty of the cantilever stiffness. A calibration of a small cantilever resulted in a relative uncertainty of 1,5 % ( $k = 2$ ) with a calibration force of  $< 100$  nN. The imaging of the cantilever with a SEM microscope showed that the tip was not damaged. A second cantilever was calibrated multiple times and showed a good repeatability. The determined stiffness shows a good agreement with the results of a similar calibration device.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1	AFM Cantilever und Kraftspektroskopie . . . . .	3
2.2	Kalibrierverfahren für AFM Cantilever . . . . .	4
2.3	Methoden der Kraftmessung . . . . .	7
2.3.1	Kraftkompensationswaagen . . . . .	8
2.3.2	Auflösung von EMK-Waagen . . . . .	11
<b>3</b>	<b>Entwicklung einer Kalibriereinrichtung für Cantilever</b>	<b>15</b>
3.1	Systemkonzept . . . . .	15
3.2	Vakuumkammer . . . . .	16
3.3	Wägezelle . . . . .	17
3.3.1	Geometrie der Wägezelle . . . . .	18
3.3.2	Wärmequellen . . . . .	23
3.3.3	Tauchspulenantrieb . . . . .	26
3.3.4	Nulllageindikatoren . . . . .	28
3.3.4.1	Schlitzblende . . . . .	29
3.3.4.2	Interferometer . . . . .	30
3.4	Positionierung des Cantilevers . . . . .	31
3.4.1	Piezo und Führungen . . . . .	32
3.4.2	Interferometer . . . . .	33
3.4.3	Kamera/ Beleuchtung . . . . .	33
3.5	Kalibrierung . . . . .	34
3.5.1	Statische Kalibrierung . . . . .	35
3.5.2	Dynamische Kalibrierung . . . . .	38
3.5.3	Vergleich der Kalibrierergebnisse . . . . .	43
3.6	Regelung . . . . .	44
3.6.1	Mechanisches Modell . . . . .	45
3.6.2	Systemidentifikation . . . . .	46
3.6.3	Reglerauslegung . . . . .	47
<b>4</b>	<b>Messtechnische Untersuchungen</b>	<b>51</b>
4.1	WZ2P Wägezelle . . . . .	51
4.1.1	Kalibrierung durch Referenzgewichte . . . . .	51

4.1.2	Linearität . . . . .	52
4.2	1WZ Wägezelle . . . . .	54
4.2.1	Hebelverhältnis . . . . .	54
4.2.2	Temperaturkoeffizient . . . . .	55
4.2.3	Steifigkeit . . . . .	57
4.2.4	Kriechen . . . . .	57
4.2.5	Rauschen . . . . .	59
4.3	Orientierung des Cantilevers . . . . .	62
4.3.1	Neigung . . . . .	62
4.3.2	Antastwinkel . . . . .	64
<b>5</b>	<b>Anwendungen</b>	<b>69</b>
5.1	Cantilever 1 . . . . .	69
5.1.1	Messablauf . . . . .	69
5.1.2	Messergebnisse . . . . .	70
5.1.3	Spitzenverschleiß . . . . .	71
5.2	Cantilever 2 . . . . .	72
5.2.1	Messergebnisse . . . . .	72
5.2.2	Nichtlinearitäten . . . . .	74
<b>6</b>	<b>Messunsicherheiten</b>	<b>77</b>
6.1	Interferometer . . . . .	77
6.1.1	Wellenlänge . . . . .	77
6.1.2	Nichtlinearität . . . . .	79
6.1.3	Cosinusfehler . . . . .	81
6.2	Kraftmessung . . . . .	81
6.2.1	Kraftkonstante . . . . .	82
6.2.2	Orientierung des Cantilevers . . . . .	83
6.2.3	Kraftauflösung . . . . .	85
6.2.4	Drift . . . . .	85
6.2.5	Kriechen . . . . .	87
6.3	Steifigkeitsmessung . . . . .	88
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>91</b>
7.1	Zusammenfassung . . . . .	91
7.2	Ausblick . . . . .	92
	<b>Literatur</b>	<b>95</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>105</b>
	<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>109</b>



# 1 Einleitung

Das Messen von Kräften im Bereich von Nanonewton ist in verschiedenen wissenschaftlichen Bereichen wie der Biologie, Medizin und Werkstoffwissenschaft von zentraler Bedeutung. So werden beispielsweise durch Messen von Bindungskräften zwischen einzelnen Molekülen Rückschlüsse auf den Aufbau einer Zelle [54] oder die Wirkungsweisen eines Medikaments gezogen [63]. Ein weiteres Beispiel stellt die Nanoindentierung von Oberflächen zur orts aufgelösten Bestimmung der Härte dar [48].

Als Kraftmesssystem werden in diesen Anwendungen Cantilever genutzt, deren Kraft proportional zur Durchbiegung ist. Deren Steifigkeit weist aufgrund von Fertigungstoleranzen sowie Inhomogenitäten im Material große Unsicherheiten auf und muss in einer separaten Kalibrierung bestimmt werden. Die geringsten Messunsicherheiten werden durch statisch experimentelle Kalibrierverfahren erzielt bei denen der Cantilever auf eine Waage gedrückt und währenddessen die Durchbiegung gemessen wird [15]. Durch große Kalibrierkräfte verringert sich zwar die Messunsicherheit dieses Verfahrens, doch entsteht dadurch ein Schaden an der Cantileverspitze welcher die anschließende Verwendung des Cantilevers unmöglich macht. Bei Prüfständen, welche nach dem Prinzip der statisch experimentellen Kalibrierung arbeiten, sorgt die Kraftmessung für den größten Beitrag an der Messunsicherheit der Steifigkeit [19, 46, 61, 85]. Einige Aufbauten dieser Art verwenden kommerzielle Wägezellen, deren Mechanik und Messbereich auf das Wägen von Massestücken ausgelegt ist [19, 46]. Die erreichbare Kraftauflösung von ca. 1 nN stellt eine Limitierung bei der Cantileverkalibrierung dar. In anderen Aufbauten kommen hochkomplexe Wägezellen zum Einsatz, welche durch Astasierung eine hohe theoretische Auflösung erreichen [61, 85]. Die experimentell erreichte Kraftauflösung ist aufgrund der störanfälligen Mechanismen jedoch nur geringfügig höher als bei kommerziellen Wägezellen.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde daher eine neuartige Wägezelle entwickelt, deren Mechanik und Messbereich auf die Kalibrierung von Cantilevern optimiert ist. Der simple Mechanismus macht die Wägezelle weich und robust gegen Störungen (Vibrationen, Umwelteinflüsse). In Kombination mit einem hochauflösenden Differenzinterferome-

ter als Nulllageindikator, lassen sich hohe Kraftauflösungen erzielen.

Das Messen der Cantileverposition erfolgt ebenfalls interferometrisch und wurde in [19] bereits erfolgreich angewendet. Bei diesem Prüfstand wurde die Totstrecke deutlich reduziert und somit die Störanfälligkeit verringert.

## 2 Grundlagen

### 2.1 AFM Cantilever und Kraftspektroskopie

Die Rasterkraftmikroskopie ist eine Form der Rastersondenmikroskopie und dient der Analyse und Manipulation von Oberflächen. Dieses Verfahren wurde 1982 entwickelt und hat sich mittlerweile zu einem vielseitigen Werkzeug der Nanotechnologie etabliert [6]. In Abbildung 2.1 ist der typische Aufbau eines Rasterkraftmikroskops (engl. AFM ) schematisch dargestellt. Über der zu messenden Probe befindet sich ein

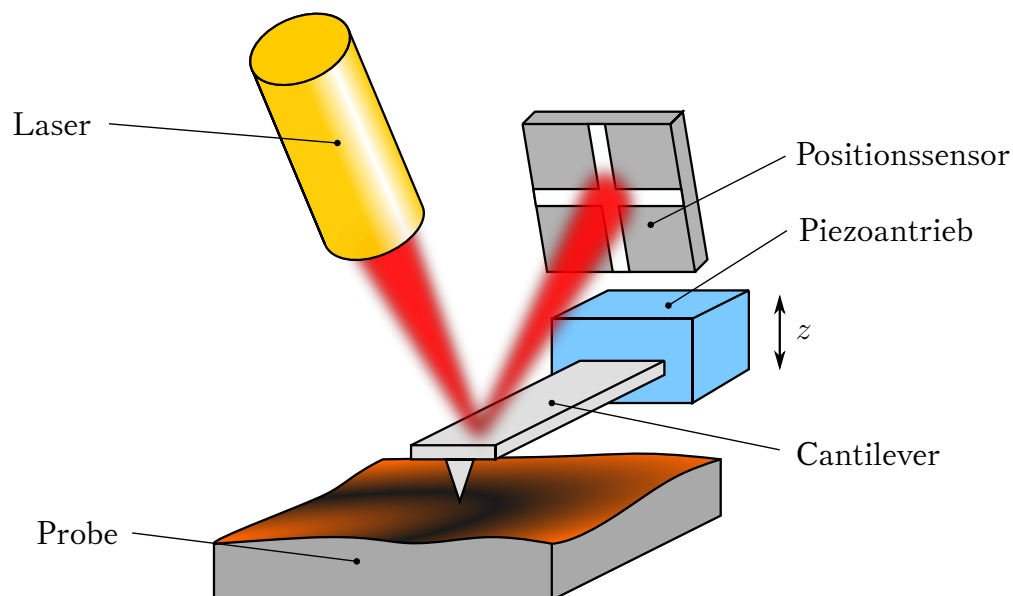


Abbildung 2.1: Schematischer Aufbau eines Rasterkraftmikroskops (AFM).

Biegebalken (Cantilever) welcher mithilfe eines Piezoantriebs in z-Richtung bewegt werden kann. Der Cantilever besteht bei vielen Anwendungen aus Silizium und weist aufgrund seiner geringen Dicke eine hohe Nachgiebigkeit in z-Richtung auf. Beim hier gezeigten Lichtzeigerprinzip wird ein Laserstrahl an der Rückseite des Cantilevers reflektiert und trifft anschließend auf einen Positionssensor [98]. Sobald sich die Spitze des Cantilevers nah genug an der Probe befindet, kommt es zur Wechselwirkung mit der Oberfläche (z.B. van-der-Waals, elektrostatisch). Die dabei auftretenden

Kräfte an der Spitze verbiegen den Cantilever und sorgen für eine Auslenkung des reflektierten Laserstrahls welche mithilfe des Positionssensors gemessen wird. Alternativ kann die Verbiegung auch durch piezoresistive Elemente, welche sich direkt auf dem Cantilever befinden, gemessen werden [93]. Für kleine Verformungen besteht der folgende, lineare Zusammenhang zwischen Kraft und Weg an der Spitze des Cantilevers.

$$F_{\text{canti}} = c_{\text{canti}} \cdot s_{\text{canti}} \quad (2.1)$$

Die laterale Auflösung (in Probenebene) von AFMs ist, anders als bei Lichtmikroskopen, nicht durch Beugungseffekte sondern hauptsächlich den Spitzenradius begrenzt. Dieser beträgt typischerweise wenige Nanometer und ermöglicht atomare Auflösung [55]. AFMs sind in Luft, Vakuum oder Flüssigkeit verwendbar und ermöglichen das Messen auf nahezu allen Materialien (Metalle, Halbleiter und Isolatoren) [98].

Für viele Messungen genügt eine relative Kraftmessung zwischen Spitze und Oberfläche. So kann beispielsweise die Oberfläche einer Probe mit konstanter Kraft abgerastert werden um deren Topografie zu bestimmen ohne die absolute Kraft zu kennen [99]. In einigen Anwendungen wird jedoch die gemessene Kraft verwendet um Rückschlüsse auf die Probeneigenschaften zu ziehen. Beispiele hierfür sind die Kraftspektroskopie [67] oder die Nanoindentierung [48]. In diesen Fällen hat die Unsicherheit der Cantileversteifigkeit einen direkten Einfluss auf das Ergebnis.

## 2.2 Kalibrierverfahren für AFM Cantilever

AFM-Cantilever werden, angepasst an ihren Anwendungsbereich, in unterschiedlichen Ausführungen hergestellt. Sie unterscheiden sich beim verwendeten Material sowie der Form und werden wenn nötig beschichtet. In Abbildung 2.2 sind exemplarisch vier unterschiedliche Cantilever dargestellt welche sich beim verwendeten Material und der Form unterscheiden. Cantilever bestehen meist aus Silizium und werden in mehrstufigen Ätzprozessen hergestellt. Ihre Steifigkeit  $c_{\text{canti}}$  lässt sich mit Wissen über deren Material und Geometrie berechnen. Allerdings weisen die angenommenen Parameter aufgrund von Fertigungstoleranzen und Inhomogenitäten im Material Unsicherheiten auf, welche mitunter erheblichen Einfluss auf die tatsächliche Steifigkeit haben. Weicht zum Beispiel die Dicke eines Cantilevers mit rechteckigem Querschnitt um 5 % ab, so ändert sich dessen Steifigkeit bereits um mehr als 14 %. Aus diesem Grund ist für jeden Cantilever ein separater Kalibrierprozess notwendig. Dafür

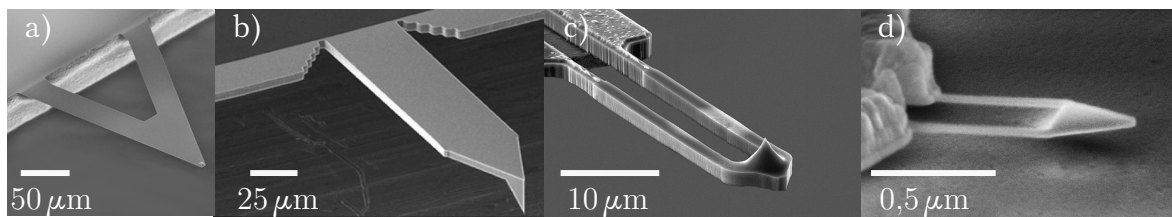


Abbildung 2.2: REM-Aufnahmen von AFM-Cantilevern mit unterschiedlichen Anwendungen:

a) V-förmige Cantilever mit hoher Torsionssteifigkeit und Chrombeschichtung [97];  
b) Rechteckiger Cantilever [68]; c) Zweiseitiger Cantilever mit integrierter Spitze [77]; d) Ultrakurzer Cantilever mit piezoresistiven Elementen [77]

gibt es viele Kalibrierverfahren welche sich nach [15] in drei Kategorien unterteilen lassen.

### Dimensionelle Verfahren

Die Abmaße des Cantilevers werden geschätzt und besonders unsichere Größen (z.B. Dicke und E-Modul) gemessen. Daraus wird analytisch bzw. in FE-Simulationen die Steifigkeit berechnet [62, 80]. Diese Verfahren erreichen relative Messunsicherheiten von 10 % bis 25 % [15].

### Dynamisch experimentelle Verfahren

Zum Bestimmen der Steifigkeit wird die niedrigste mechanische Eigenfrequenz des freischwingenden Cantilevers gemessen. In diesem Zustand schwingt der Cantilever in seiner 1. Schwingungsmode was einer reinen Durchbiegung entspricht. Die Frequenzen liegen üblicherweise zwischen 1 kHz und 300 kHz. Neben der Resonanzfrequenz werden, abhängig vom Verfahren, noch weitere Größen gemessen. In [14] wird beispielsweise die Messung der Resonanzfrequenz nach dem Applizieren einer bekannten Masse an der Cantileverspitze erneut durchgeführt. Bei der häufig verwendete Sader-Methode wird die Resonanzfrequenz und der Qualitätsfaktor anhand des thermischen Rauschens bestimmt. Außerdem wird zusätzlich die Temperatur sowie Länge und Breite des Cantilevers gemessen. Abhängig vom konkreten Verfahren liegen die erreichbaren relativen Messunsicherheiten bei ca. 15 % bis 25 %.

### Statisch experimentelle Verfahren

Der Cantilever wird in Kontakt mit einem präzisen Kraftmesssystem gebracht und bei unterschiedlichen Durchbiegungen statisch die Position  $s_{\text{canti}}$  sowie die Kontaktkraft

$F_{\text{canti}}$  gemessen. In Abbildung 2.3 ist der Messaufbau für unterschiedliche Lastzustände sowie die dabei aufgezeichnete Kraft-Weg-Kennlinie schematisch abgebildet. Die Steifigkeit des Cantilevers  $c_{\text{canti}}$  wird anschließend mithilfe von Gleichung 2.1 berechnet. Zur Positionsmessung wird entweder ein kalibrierter Piezoaktor [46, 89] oder ein

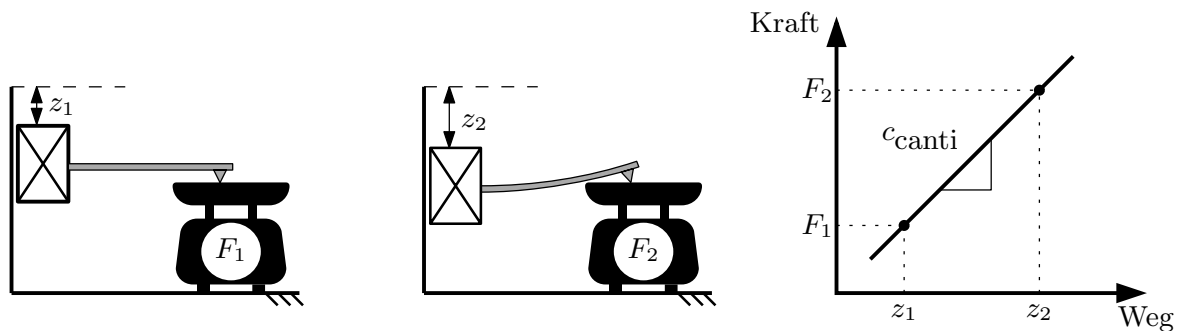


Abbildung 2.3: Aufbau zur statisch experimentellen Kalibrierung eines Cantilevers. Die Position sowie die Kraft des Cantilevers wird in unterschiedlichen Stellungen gemessen (links, mitte) und aus der Kraft-Weg-Kennlinie die Steifigkeit bestimmt.

Interferometer [19] verwendet. Der Beitrag der Kraftmessung zur Messunsicherheit der Cantileversteifigkeit stellt in den meisten Fällen den größten Anteil dar [15]. Zum Messen der Kraft wird entweder ein Referenzcantilever [94], eine Referenzfeder [16] oder eine hochpräzise Waage [19, 46] verwendet. Der Cantilever wird während der Kalibrierung auf die selbe Art und Weise belastet wie auch beim späteren Messen. Dadurch werden auch Fehlereinflüsse wie Formabweichungen, Inhomogenitäten im Material oder die genaue Spitzenposition bei der Kalibrierung erfasst. Die gemessenen Steifigkeiten sind bei entsprechender Kraft- und Wegmessung auf SI-Einheiten rückführbar. Aus diesem Grund verwenden auch einige metrologische Staatsinstitute (KRISS: Korea [46], NIST: USA [74], PTB: Deutschland [24]) dieses Kalibrierverfahren. Durch Ringvergleiche wurde bestätigt, dass die erreichbaren Unsicherheiten im Bereich von ca. 1 % bis 4 % ( $k = 2$ ) liegen [45, 46].

Die Kalibrierkräfte sind aufgrund der limitierenden Kraftauflösung der Waage oft deutlich größer als die Kräfte während der Verwendung des Cantilevers. So wurden in [19, 24, 46, 61, 88] beispielsweise Kalibrierkräfte im Bereich von  $0,5 \mu\text{N}$  bis  $3000 \mu\text{N}$  verwendet. In [64] hingegen wurden mit einem AFM-Cantilever die Bindungskraft zwischen Molekülen von  $<40 \text{ pN}$  gemessen. Die relativ großen Kräfte während der Kalibrierung können, anders als die kontaktlosen Kalibrierverfahren, erheblichen Schaden an der Spitze verursachen. In Abbildung 2.4 ist eine Cantileverspitze zu sehen, deren Radius sich durch Kalibrierkräfte deutlich vergrößert hat. Ein weiterer Nachteil dieser Kalibrierverfahren ist der vergleichsweise große Zeitaufwand

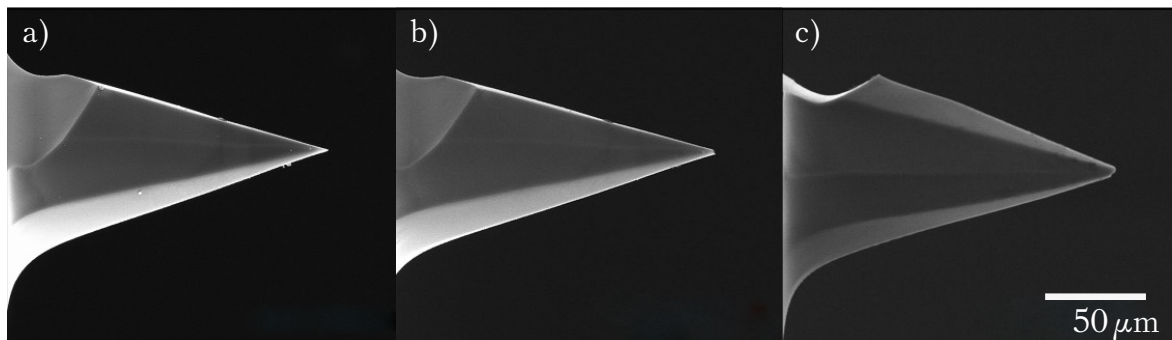


Abbildung 2.4: REM-Aufnahmen einer Cantileverspitze: a) vor dem Kalibrieren; b) nach 5 µN Krafteinwirkung; c) nach 50 µN Krafteinwirkung [88]

für den Einbau des Cantilevers in einen separaten Prüfstand sowie für die eigentliche Kalibrierung.

Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird die Entwicklung eines Cantileverprüfstandes beschrieben, welcher auf einer statisch experimentellen Kalibrierung basiert. Dieses Verfahren wurde gewählt, da es unabhängig von der Form des Cantilevers anwendbar ist und die geringsten, relativen Messunsicherheiten aufweist. Die Kalibrierkraft muss dabei möglichst gering sein, um die erwähnten Beschädigungen an der Spitze zu minimieren. Um dennoch geringe, relative Messunsicherheiten zu erreichen, ist eine hochauflösende Kraft- und Positionsmessung erforderlich.

## 2.3 Methoden der Kraftmessung

Die Kraft ist eine vektorielle Größe welche sich aus drei Komponenten zusammensetzt ( $F_x$ ,  $F_y$  und  $F_z$ ). Aufgrund des geringeren technologischen Aufwands werden Kräfte meist nur in einer Richtung gemessen und der Kraftmesser parallel zur Krafrichtung ausgerichtet (Beispiel: Personenwaage). Kräfte sind nicht direkt messbar aber verursachen Beschleunigungen oder Deformationen [29]. Zum Bestimmen von Kräften wird die davon hervorgerufene Änderung einer physikalischen Größe an einem Sensorelement gemessen. Im Folgenden wird eine Auswahl an Prinzipien vorgestellt, welche sich besonders zum Messen kleiner Kräfte eignen.

Ein kostengünstiges und daher häufig angewendetes Prinzip der Kraftmessung ist die Verwendung von Dehnmessstreifen (DMS). Das sind elektrische Widerstände welche auf einem Verformungskörper aufgebracht werden und sich bei Belastung mit Dehnen. Dadurch ändern sich die Länge sowie die Querschnittsfläche des DMS, wodurch sich dessen Widerstand proportional zur Dehnung ändert. Bei Verwendung

von Halbleitermaterialien wird die Widerstandsänderung aufgrund des piezoresistiven Effekts zusätzlich verstärkt. Diese Art der Kraftmessung wird beispielsweise bei Cantilevern zum Messen der Auslenkung verwendet [77].

Beim Kompensationsprinzip ruft die Kraft eine statische Deformation an einem Verformungskörper hervor. Diese Verformung wird gemessen und durch eine elektrisch erzeugte Gegenkraft kompensiert. Die notwendige Kompensationskraft ist ein Maß für die angreifende Kraft [27]. Im Abschnitt 2.3.1 wird die Funktion einer kraftkompensierten Wägezelle detailliert beschrieben.

Das Resonatorprinzip basiert auf der Messung der ersten Resonanzfrequenz eines schwingenden Verformungskörpers. Durch eine externe Last ändert sich diese Frequenz und erlaubt Rückschlüsse auf die angreifende Kraft. Dieses Prinzip ist besonders feinfühlig und wurde unter anderem zum Messen von Photonendrücken verwendet [56].

Abbildung 2.5 stammt aus [53] und fasst die genannten Kraftmessprinzipie mit Angabe der erreichten relativen Messunsicherheit zusammen. Die Daten stammen aus [39, 65, 84] und bilden den Stand von 2018 ab. Es zeigt sich, dass es beim Messen kleiner Kräfte ( $<1 \mu\text{N}$ ) nur Kompensationswaagen eine relativ geringe Messunsicherheit erzielen. Aus diesem Grund wird die Cantileverkraft von einer Wägezelle gemessen welche nach diesem Prinzip arbeitet.

### 2.3.1 Kraftkompensationswaagen

Kraftkompensierte Wägezellen wurden 1943 erstmals in einer Patentschrift erwähnt [28] und basieren auf dem Prinzip einer Balkenwaage. In Abbildung 2.6 ist eine moderne Waage, welche nach dem Prinzip der elektromagnetischen Kraftkompensation arbeitet, in einer vereinfachten Form dargestellt [30]. Die gezeigte Wägezelle ist monolithisch gefertigt und besitzt Dünnstellen (1) welche durch ihre lokale stark verringerte Steifigkeit als Festkörpergelenke fungieren. In der Wägetechnik werden Festkörpergelenke aufgrund ihrer Eigenschaften wie Spiel-, Reibungs-, Verschleiß- und Montagefreiheit sowie Reproduzierbarkeit verwendet [5, 50]. Jedes einzelne Gelenk erzeugt ein Rückstellmoment welches sich proportional zur Durchbiegung erhöht. Der verwendete Mechanismus besteht aus einer außenliegenden Kurbelschwinge (4) an deren Koppelstück sich die Waagschale (3) befindet und die Kraft eingeleitet wird. Da die Parallelenker (Kurbel und Schwinge) die gleiche Länge aufweisen, wird das Koppelstück auf einer Kreisbahn parallel verschoben und nicht verdreht. Diese Kinetik macht solche Wägezellen unempfindlich gegenüber Ecklast. Im hier gezeigten



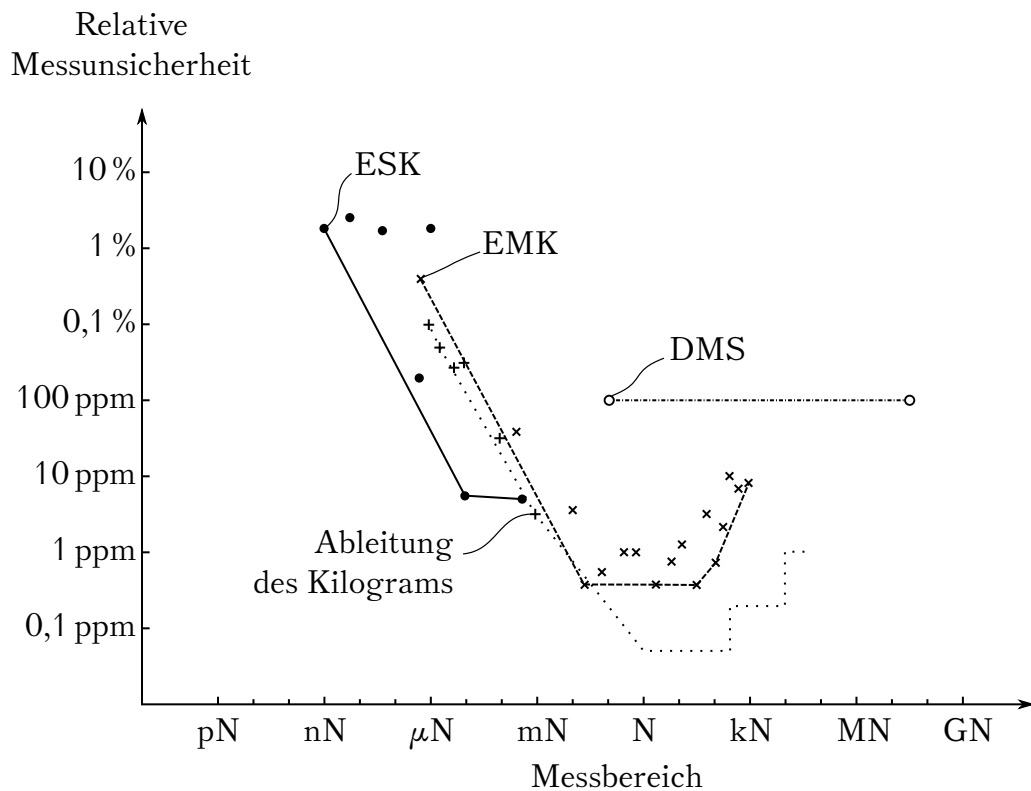


Abbildung 2.5: [53] Unsicherheiten und Messbereiche verschiedener Kraftmessprinzipie: (ESK) Elektrostatische Kraftkompensation [84]; (EMK) Elektromagnetische Kraftkompensation [84]; (DMS) Dehnmessstreifen [39]; Ableitungen des Kilogramms [65]

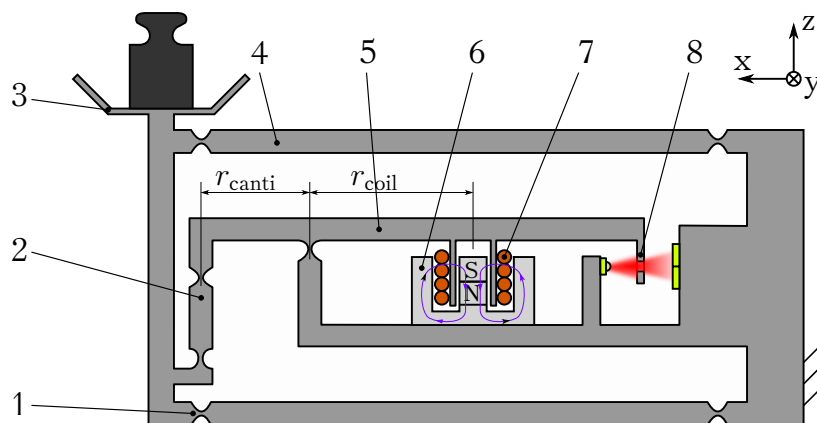


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung einer kraftkompensierten Waage bestehend aus: (1) Festkörpergelenke; (2) Koppelband; (3) Koppelstück mit Waagschale; (4) Parallellenkler; (5) Interner Hebel; (6) Topfmagnet; (7) Spule; (8) Positionssensor

Beispiel wird die Gewichtskraft eines Massestücks auf die Waagschale eingeleitet und über ein Koppelband (2) an einen internen Hebel (5) übertragen. Am Ende des Hebels

befindet sich ein Lagesensor (8) in Form einer Schlitzblende, durch die das Licht einer LED auf eine Doppelphotodiode gelangt [21]. Beim Auslenken des Hebels verschiebt sich die Blende und somit auch der abgeschattete Lichtstrahl in  $z$ -Richtung. Über das Differenzsignal der beiden Photodioden lässt sich die Position der Schlitzblende mit ca. 1 nm Auflösung messen [19]. Am Hebel ist neben dem Positionssensor auch eine Spule (7) befestigt welche in das rotationssymmetrische Magnetfeld eines Topfmagneten (6) ragt. Ein Stromfluss durch die Spule erzeugt eine Lorentzkraft in  $z$ -Richtung welche ebenfalls auf den Hebel wirkt. Die Phasen des Messvorgangs sind

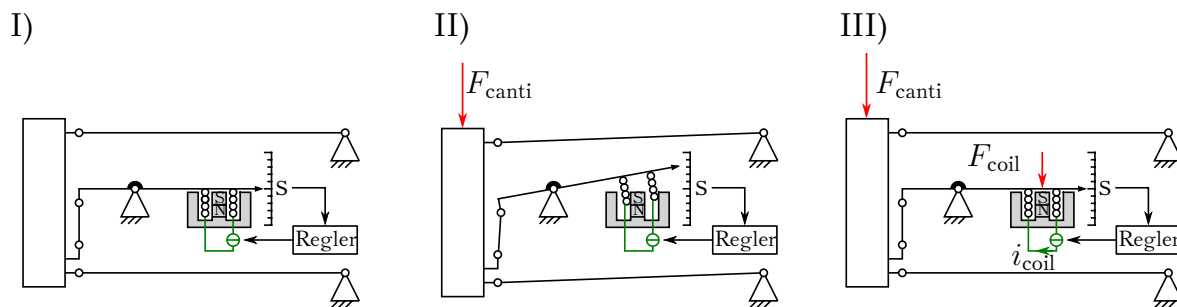


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung einer kraftkompensierten Waage während der Belastung: I) Zu Beginn ist die Waage unbelastet; II) Die Kraft lenkt die Waage aus was durch einen Positionssensor gemessen wird; III) Ein Strom in der Spule erzeugt eine Kraft und bringt den Hebel wieder ins Gleichgewicht

in Abbildung 2.7 schematisch dargestellt: (I) Zu Beginn befindet sich die unbelastete Waage in der Nullposition. (II) Unter dem Einfluss der Kraft  $F_{\text{canti}}$  verformt sich die Wägezelle, was wiederum durch den Lagesensor gemessen wird. (III) Durch einen Regler wird der Strom in der Spule  $i_{\text{coil}}$  erhöht bis die Auslenkung am Lagesensor wieder 0 ist. Im ausgeglichenen Zustand ist die angreifende Kraft proportional zum Spulenstrom und wird nach folgender Gleichung berechnet.

$$F_{\text{canti}} = \tilde{B} \ell \cdot \frac{r_{\text{coil}}}{r_{\text{canti}}} \cdot i_{\text{coil}} \quad (2.2)$$

Dabei sind  $\tilde{B}$  die magnetische Flussdichte am Draht der Spule und  $\ell$  dessen Länge. Die Größen  $r_{\text{coil}}$  und  $r_{\text{canti}}$  repräsentieren die jeweiligen Hebellängen von der Spule bzw. dem Koppelband zum Drehpunkt des inneren Hebels. Zur besseren Vergleichbarkeit wurden dabei die gleichen Bezeichnungen gewählt wie bei der eingelenkigen Wägezelle gewählt (siehe Kapitel 3.3). All diese Größen sind Konstanten und werden in der Regel nicht einzeln vermessen sondern gemeinsam kalibriert (siehe Kapitel 3.5).

Der Vorteil von Kompensationswaagen ist, dass die Kraftmessung immer im un-

ausgelenkten Zustand erfolgt. So wird die mechanische Nichtlinearität des Verformungskörpers umgangen und die magnetische Flussdichte durch die Spule bleibt gleich. Elektromagnetisch kraftkompensierte Wägezellen erreichen relative Auflösungen von bis zu  $1 \cdot 10^{-8}$  [82]. Alternativ werden auch elektrostatische Aktoren zur Erzeugung der Kompensationskraft eingesetzt [42, 86]. Sie erfordern keine Kabel zum bewegten Teil der Wägezelle und ermöglichen das vergleichsweise einfache Anpassen der Kraftkonstante. Allerdings sind elektrostatische Aktoren sensitiv gegen eine Veränderung der Relativlage der Elektroden. Zum Messen der Cantileverkraft wird daher eine neu entwickelte EMK-Wägezelle verwendet (siehe Kapitel 3.3).

### 2.3.2 Auflösung von EMK-Waagen

Die Kraftauflösung einer EMK-Waage  $\Delta F_{\text{canti}}$  ist, wie aus Gleichung 2.1 hervorgeht, linear von der Stromauflösung abhängig  $\Delta i_{\text{coil}}$ .

$$\Delta F_{\text{canti}} = \tilde{B}\ell \cdot \frac{r_{\text{coil}}}{r_{\text{canti}}} \cdot \Delta i_{\text{coil}}$$

Durch unterschiedliche Maßnahmen, wie der Verringerung der Kraftkonstante des Aktors  $\tilde{B}\ell$  oder einer längeren Integrationszeit, kann diese Auflösung allerdings erhöht werden und stellt in der Praxis meist keine Limitierung dar. Einen weiteren limitierenden Faktor beim Messen kleiner Kräfte ist die Auflösung des Lagesensors  $\Delta s$ . Denn durch die Steifigkeit der Waage  $c_{\text{balance}}$  erzeugt die nicht messbare Auslenkung der Wägezelle  $\Delta s$  eine Kraft.

$$\Delta F_{\text{canti}} = c_{\text{balance}} \cdot \Delta s \quad (2.3)$$

Dabei ist die Steifigkeit der Waage auf den Lagesensor als Kraftangriffspunkt bezogen.

Während der Kalibrierung soll der Cantilever in seinem linearen Bereich verformt und Zerstörung an dessen Spitze vermieden werden. Daraus folgt für typische Cantilever eine Maximalkraft von  $<1$  mN. Alle kommerziell erhältlichen Präzisionswägezellen weisen einen deutlich größeren Messbereich auf [57, 81]. Zudem sind sie auf das Wägen von Massestücken optimiert und daher unempfindlich gegenüber Ecklast, obwohl der Kraftangriffspunkt des Cantilevers durch dessen kleine Spitze klar definiert ist. Diese Eigenschaften von kommerziellen Wägezellen erfordern komplexere Mechaniken mit typischen Steifigkeiten von ca. 25 N/m. Solche Wägezellen erreichen maximale Auflösungen von ca. 1 nN [81].

Zum Verringern der Steifigkeit werden Wägezellen häufig astasiert [17, 76]. Dazu wird eine zusätzliche Kraft in die Wägezelle eingeleitet welche destabilisierend wirkt, also das Auslenken begünstigt. Ein Beispiel für eine Astasierung ist in Abbildung 2.8

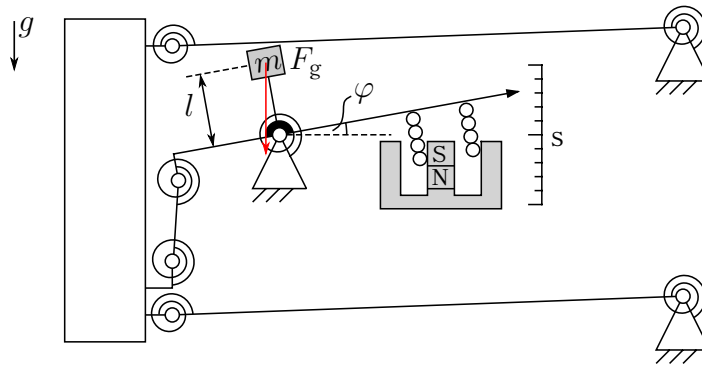


Abbildung 2.8: EMK-Wägezelle mit Zusatzmasse zur Astasierung

in Form einer zusätzlichen Masse dargestellt. Jedes Festkörpergelenk der Wägezelle kann für kleine Winkel durch ein Drehgelenk mit Torsionsfeder beschrieben werden. Die Drehmomente der Federn können zu einer Rotationssteifigkeit  $c_t$  der Wägezelle zusammengefasst werden. Durch die Gewichtskraft der Masse  $m$  kommt es ebenfalls zu einem winkelabhängigen Drehmoment auf den Wägebalken. Das gesamte Drehmoment  $M_{\text{ges}}$  ergibt sich im statischen Fall zu

$$M_{\text{ges}} = -\varphi \cdot c_t + \sin \varphi \cdot l \cdot m \cdot g. \quad (2.4)$$

Die einzelnen Drehmomente sowie deren Summe sind in Abbildung 2.9 dargestellt. Der Anstieg des resultierenden Drehmoments repräsentiert die effektive Steifigkeit der Wägezelle. Durch geeignete Justierung (z.B. Variation von  $l$ ) kann die effektive Steifigkeit dann beliebig verringert werden. Die Astasierung ermöglicht selbst bei geringer Auflösung des Lagesensors eine hohe theoretische Kraftauflösung. Daher werden astasierte Wägezellen unter anderem von nationalen Metrologieinstituten zur Messung kleiner Kräfte verwendet. So wird beispielsweise am NIST (USA) die Kraft einer Zugfeder zur Astasierung verwendet und eine effektive Steifigkeit von 0,001 N/m erreicht [74]. Bei der PTB (Deutschland) werden kleine Kräfte über die Auslenkung eines Pendels gemessen welches sich zwischen zwei Kondensatorplatten befindet. Durch Anlegen einer Spannung verringert sich die effektive Steifigkeit des Pendels auf 0,0074 N/m am Kraftangriffspunkt [60].

Die Kraft  $\Delta F$  welche sich nach Gleichung 2.3 berechnet ist für diese Kraftmess-einrichtungen vernachlässigbar gering. Dennoch wurde beispielsweise in [74] bei der

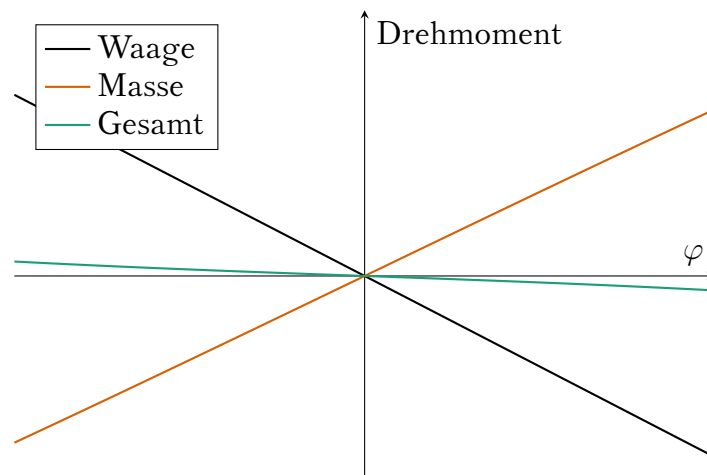


Abbildung 2.9: Drehmomente auf eine astasierte Wägezelle in Abhängigkeit von der Auslenkung

Kraftmessung nur eine Standardabweichung von 0,7 nN erreicht, was die der kommerziell erhältlichen Wägezellen kaum übertrifft. Ein Grund dafür ist, dass astasierte Mechaniken deutlich sensibler gegenüber Neigungen, seismischen Störungen und Temperaturänderungen sind [75]. Wird beispielsweise die in Abbildung 2.8 gezeigte Wägezelle geneigt, ändert sich das Drehmoment durch die Zusatzmasse bereits für kleine Winkel signifikant. Außerdem wurde das mechanische Verhalten der Wägezelle in Gleichung 2.4 als ideal angenommen. Tatsächlich kommt es aber, wie in [45] und [75] beschrieben wurde, zu teilweise großen Hysteresen und Nichtlinearitäten.

Aufgrund der zuletzt genannten Nachteile wird zum Messen der Cantileverkraft eine Wägezelle ohne Astasierung verwendet (siehe Kapitel 3.3).



### 3 Entwicklung einer Kalibriereinrichtung für Cantilever

In Kapitel 2.2 wurden verschiedene Verfahren zur Cantileverkalibrierung vorgestellt und miteinander verglichen. Aufgrund der erreichbaren Messunsicherheiten wird im Rahmen dieser Arbeit ein statisch experimentell messender Prüfstand entwickelt, aufgebaut und getestet. Dieses Verfahren erfordert prinzipbedingt eine auf die Spitze wirkende Kraft sowie die damit verbundene Durchbiegung des Cantilevers. Um den Verschleiß an der Spitze zu vermeiden, muss die zum Kalibrieren verwendete Kraft möglichst klein sein. Im Widerspruch dazu steht die relative Messunsicherheit welche sich bei geringen Kalibrierkräften erhöht.

Daher ist eine zentrale Anforderung an den Prüfstand eine rückführbare und hochauflösende Positions- bzw. Kraftmessung. Des Weiteren sollen Cantilever unabhängig von ihrer Form und Steifigkeit kalibriert werden. Dabei soll die notwendige Zeit zum Einrichten des Prozesses möglichst gering sein.

Im Folgenden wird das entwickelte Systemkonzept des Cantileverprüfstandes vorgestellt und im Anschluss detailliert auf die einzelnen Komponenten eingegangen.

#### 3.1 Systemkonzept

Als Grundlage für die Entwicklung des Prüfstandes diente der in [19] beschriebene Aufbau, an dem im Vorfeld wichtige Erkenntnisse gewonnen wurden. Der größte Unterschied zu diesem System ist, dass zur Kraftmessung anstatt einer kommerziellen Wägezelle eine neu entwickelte und für die Anwendung optimierte Wägezelle verwendet wird. Im Laufe dieser Arbeit wird die entwickelte Wägezelle mit 1WZ bezeichnet. Abbildung 3.1 zeigt eine schematische Darstellung des Prüfstandes mit seinen wesentlichen Bestandteilen.

Die grün eingefärbten Komponenten dienen zur Positionierung des Cantilevers sowie

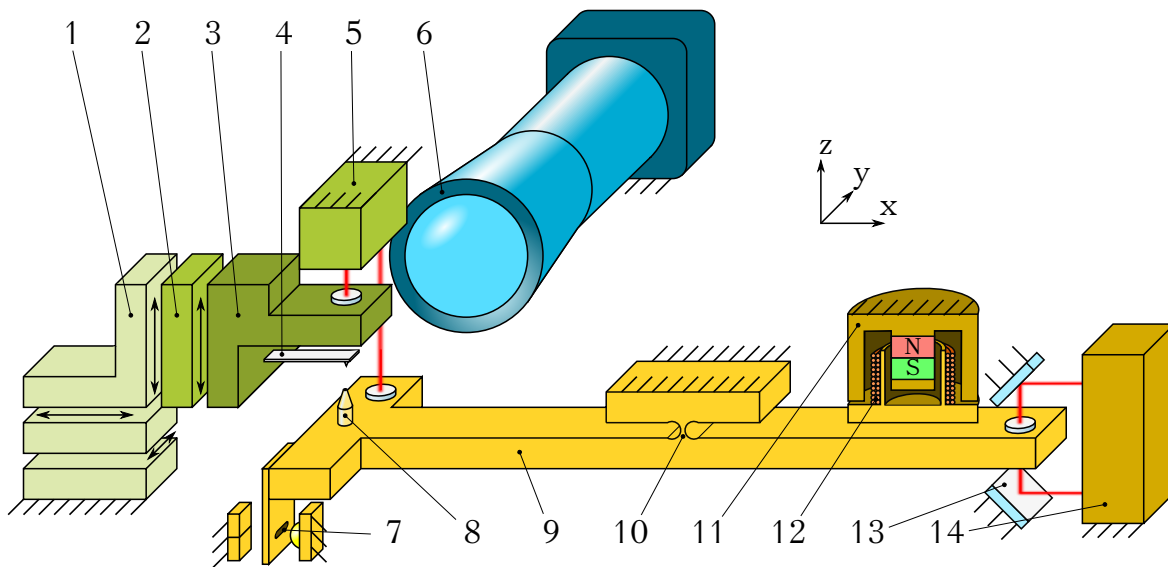


Abbildung 3.1: Prüfstand zum Kalibrieren von Cantilevern mit: (1) Linearführungen in  $y, z$  und  $z$ ; (2) Piezoaktor in  $z$ ; (3) Cantileverhalter; (4) Cantilever; (5) Interferometer: Cantilever; (6) Kamera; (7) Schlitzblende; (8) Taster; (9) Wägebalken; (10) Festkörpergelenk; (11) Dauermagnet mit Eisenkreis; (12) Spule; (13) Umlenkspiegel; (14) Interferometer: Balance

zum Messen von dessen Lage. Der Cantilever (4) ist durch Klemmen an einem Halter (3) befestigt und wird durch vier seriell angeordnete Führungen positioniert. Die ersten drei Führungen (1) ermöglichen eine grobe Positionierung in  $y$ ,  $x$  und  $z$  mit einem großen Stellbereich. Während der Messung erfolgt das feine Positionieren in  $z$ -Richtung durch einen hochauflösenden Piezoantrieb (2). Ein Differenzinterferometer (5) misst hochauflösend die Relativposition zwischen Cantilever und Wägebalken. Mithilfe einer Kamera (6) wird die Cantileverspitze für die Messung mittig über einem Diamanttaster (8) positioniert welcher sich auf dem Wägebalken (9) befindet. Sobald es zum Kontakt kommt, wirkt eine Kontaktkraft welche den Cantilever verbiegt und den Wägebalken auslenkt. Dessen Auslenkung wird durch ein Differenzinterferometer (14) gemessen und durch die Kraft eines Tauchspulenantriebs (11, 12) kompensiert.

## 3.2 Vakuumkammer

Der Cantileverprüfstand befindet sich auf einer Grundplatte (3) aus Aluminium mit einer Dicke von 40 mm. Diese sichert die Relativlage zwischen den Baugruppen und vermeidet durch ihre hohe Wärmeleitfähigkeit Temperaturgradienten. Die Grund-



platte steht auf drei verstellbaren Füßen im Innenraum einer Vakuumkammer (2) welche ein Volumen von  $650\text{ mm} \times 650\text{ mm} \times 650\text{ mm}$  aufweist. Mithilfe einer Dosenlibelle wurde die Grundplatte nach der Montage waagrecht ausgerichtet. Eine Seitenwand der Kammer lässt sich als Tür öffnen und besitzt ein Schauglas. An der gegenüberliegenden Wand befinden sich Löcher für die Durchführungen (KF50 und KF63). Die elektrischen Signale (Interferometersignale, Schlitzblende, Spulenstrom, Führungen, Piezo, Kamera, Licht, Umweltsensoren) werden mit 15-poligen Durchführungen (D-SUB) kontaktiert. Zwei Durchführungen mit Lichtwellenleitern übertragen die Laserstrahlen ins Innere der Kammer. Die Vakuumkammer steht mit drei Stellfüßen auf einem Wägestein welcher vom Boden des Labors entkoppelt ist. In Abbildung 3.2 ist die Außen- und Innenansicht der Kammer mit den äußeren Abmaßen dargestellt. Zum Erzeugen eines Vakuums dient eine Verdrängerpumpe mit

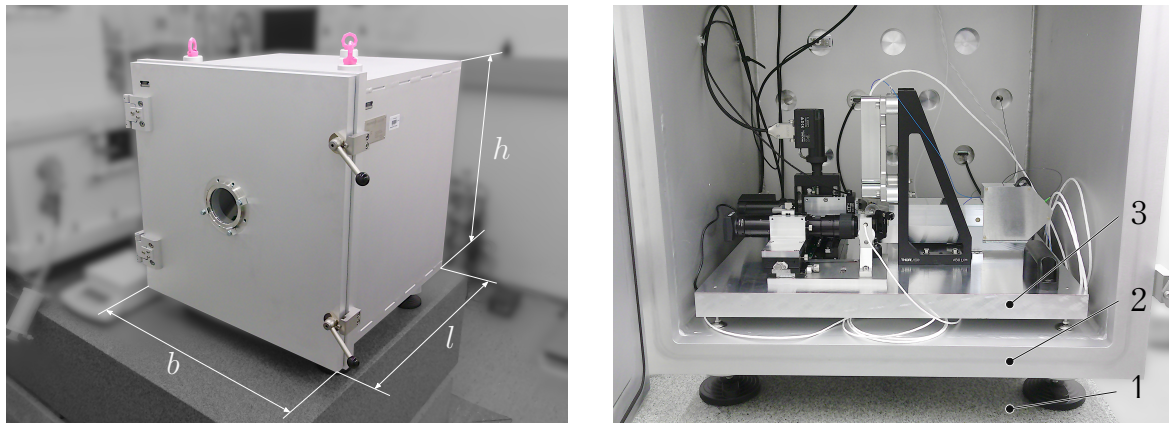


Abbildung 3.2: Vakuumkammer (links) mit den Maßen:  $l = 766\text{ mm}$ ;  $b = 795\text{ mm}$ ;  $h = 700\text{ mm}$ ; Innenraum der Vakuumkammer (rechts) mit den Bauteilen: Wägestein (1); Vakuumkammer (2); Grundplatte (3)

der Drücke von ca.  $0,5\text{ mbar}$  erreicht werden. Da die Pumpe Wärme und Vibrationen erzeugt, ist sie während der Messungen ausgeschaltet. Im Vakuum verschwinden die Einflüsse von Brechzahländerungen der Luft, wodurch sich die Unsicherheit der Interferometermesswerte reduziert. Zudem verdunstet das adsorbierte Wasser von der Oberfläche des Wägebalkens und damit die parasitäre Gewichtskraft.

### 3.3 Wägezelle

Im Kapitel 2.3 wurden verschiedene Prinzipie zur Messung kleiner Kräfte vorgestellt und miteinander verglichen. Durch das hohe relative Auflösungsvermögen und die

gleichbleibende Position der Waagschale eignet es sich eine kraftkompensierte Wägezelle zum Messen der Cantileverkräfte. Kommerzielle Wägezellen wurden für diese Anwendung bereits erfolgreich verwendet [19], sind aber auf eine Auflösung von 1 nN limitiert. Die theoretische Auflösung der Wägezelle ergibt sich nach Gleichung 2.3. Durch Astasierung verringert sich die Steifigkeit der Wägezelle  $c_{\text{balance}}$ , allerdings erhöht sich die Empfindlichkeit gegenüber Umwelteinflüssen sowie der technologische Aufwand (Justierung, Schwingungsdämpfung). Die neu entwickelte Wägezelle 1WZ erreicht eine hohe Kraftauflösung durch die geringe Steifigkeit der verwendeten Mechanik sowie durch die Verwendung eines hochauflösenden Differenzinterferometers als Nulllagenindikator.

### 3.3.1 Geometrie der Wägezelle

Beim Auslenken einer monolithischen Wägezelle erzeugt jedes Festkörpergelenk, abhängig von der jeweiligen Verformung, ein Rückstellmoment. Die Biegesteifigkeit eines Gelenks ergibt sich aus dessen Form sowie dem E-Modul des verwendeten Materials. Durch geringe Materialdicken an der Dünnstelle von Festkörpergelenken reduziert sich deren Drehsteifigkeit. Die Limitierungen sind die notwendige Festigkeit des Gelenks sowie die verwendete Fertigungstechnologie (Erosion, Präzisionsfräsen). Kommerzielle Wägezellen wie in Abbildung 2.6 bestehen typischerweise aus mindestens 7 Drehgelenken und weisen eine Gesamtsteifigkeit von  $>20 \text{ N/m}$  auf.

Im Gegensatz dazu verzichtet die 1WZ auf die äußere Kurbelschwinge und reduziert die Kinematik auf ein einzelnes Drehgelenk. Sie ist monolithisch durch Draht- bzw. Senkerosion gefertigt und besteht aus der Aluminiumlegierung: AlZnMgCu1,5 (EN AW-7075 ) T651. Abbildung 3.3 zeigt die Mechanik der 1WZ sowie das verwendete Regelungskonzept. Aluminium ist paramagnetisch, sodass die entstehenden Reluktanzkräfte auf den Wägebalken durch äußere Magnetfelder vernachlässigbar klein sind. Zudem besitzt Aluminium eine gute Wärmeleitfähigkeit wodurch Temperaturgradienten vermieden werden. Die Wärmebehandlung des Halbzeugs „T651“ (Lösungsglühen, kontrolliertes Recken und Warmauslagern) verringert Spannungen im Material [22].

Das verwendete Festkörpergelenk ist in Abbildung 3.4 dargestellt und besteht aus zwei kreisförmigen Aussparungen mit einem Radius von jeweils  $R = 3 \text{ mm}$ . Die Dicke an der dünnsten Stelle beträgt  $t = 50 \mu\text{m}$  und die Breite insgesamt  $b = 6 \text{ mm}$ . In  $y$ -Richtung ist das Gelenk in zwei Teile geteilt wodurch sich die Drehsteifigkeit um die  $z$ - und  $x$ -Achse erhöht, ohne die Drehsteifigkeit um die  $y$ -Achse zu verändern. Die

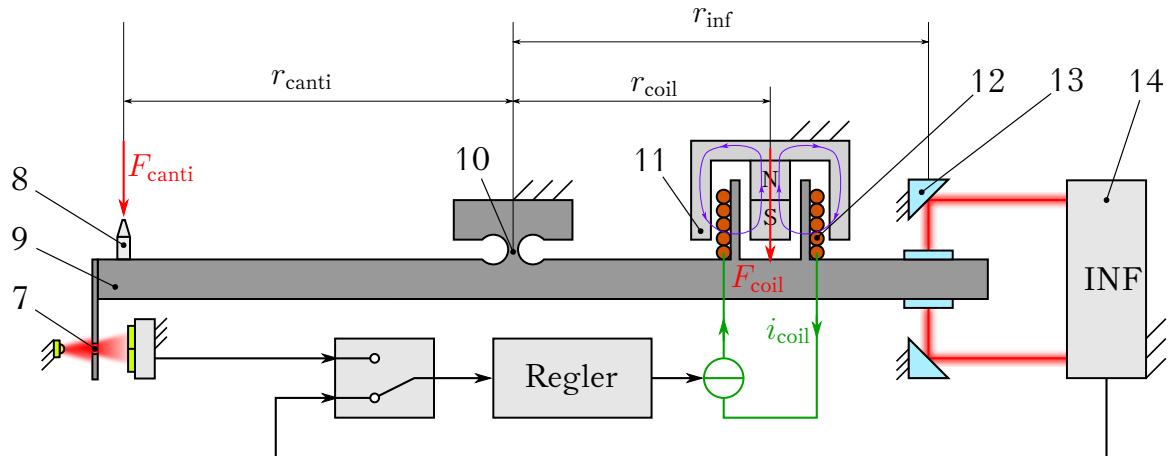


Abbildung 3.3: Mechanischer Aufbau der eingelenkigen Wägezelle (Nummerierung identisch zu Abbildung 3.1)

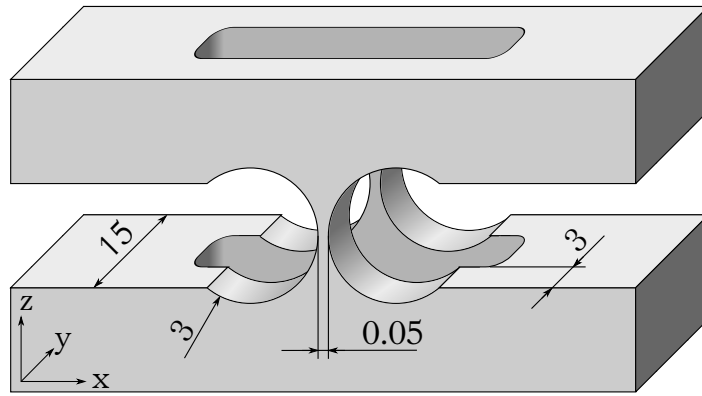


Abbildung 3.4: Dimensionen des Verwendeten Festkörpergelenks

Drehsteifigkeit des Gelenks  $\tilde{c}_{\text{joint}}$  errechnet sich aus dem Verhältnis von Drehmoment  $M_{\text{joint}}$  und Drehwinkel  $\varphi$ . Bei dieser Gelenkgeometrie ergibt sich die Gelenksteifigkeit nach folgender Gleichung [69].

$$\tilde{c}_{\text{joint}} = \frac{M_{\text{joint}}}{\varphi} = \frac{2Ebt^{5/2}}{9\pi\sqrt{R}} = 9,725 \text{ mN} \cdot \text{m/rad} \quad (3.1)$$

Abhängig vom Hebelarm  $r_{\text{canti}}$  ist die Steifigkeit am Kraftangriffspunkt

$$c_{\text{joint}} = \frac{F_{\text{canti}}}{s_{\text{canti}}} = \frac{M_{\text{joint}}}{\varphi \cdot r_{\text{canti}}^2} = \frac{\tilde{c}_{\text{joint}}}{r_{\text{canti}}^2}.$$

Die Formel zeigt, dass zum Verringern der Steifigkeit der Hebelarm möglichst lang sein sollte. Allerdings erschwert das die Handhabung und verringert die Frequenz der höheren Schwingungsmoden. Als Kompromiss wurde für den Wägebalken eine

Hebellänge von  $r_{\text{canti}} = 100 \text{ mm}$  gewählt, wodurch sich eine Steifigkeit von  $c_{\text{joint}} = 0,97 \text{ N/m}$  ergibt.

Die Masse eines Cantilevers ist verglichen mit der des Wägebalkens vernachlässigbar gering. Folglich ändert sich bei Kontakt des Cantilevers mit dem Taster weder die Gesamtmasse des Wägebalkens noch die Lage von dessen Schwerpunkt. Um die Empfindlichkeit der Wägezelle gegenüber Neigung und seismischen Störungen zu minimieren, wird der Schwerpunkt in die Rotationsachse des Drehgelenks justiert. Als Justierkriterium dient das Signal des absoluten Lagesensors in unterschiedlichen Drehlagen der Wägezelle. In Abbildung 3.5 sind die vier Drehlagen dargestellt, in de-

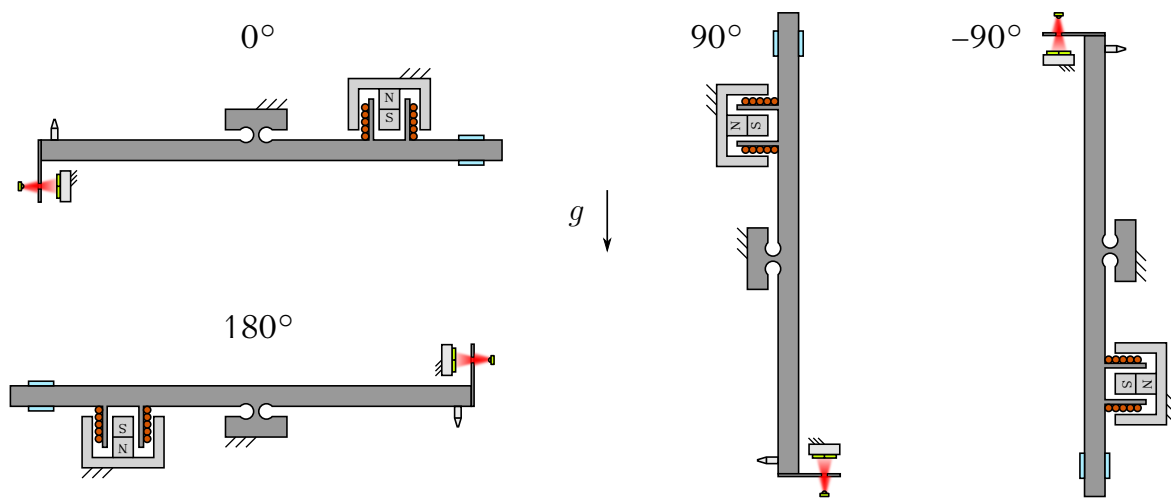


Abbildung 3.5: Drehlagen der Wägezelle während der Justierung des Schwerpunkts

nen jeweils die Nullposition des unregulierten Wägebalkens bestimmt wurde. Befindet sich der Schwerpunkt außerhalb der Rotationsachse, entsteht durch die Gewichtskraft ein Drehmoment welches die Wägezelle auslenkt. In Abbildung 3.6 ist die Justierung der horizontalen Schwerpunktlage dargestellt. In der  $0^\circ$  Lage ruft der horizontale Versatz des Schwerpunktes  $\Delta x$  ein Drehmoment um die  $y$ -Achse hervor. Die Ruhelage des Wägebalkens  $s_1$  wird durch den absolut messenden Lagesensor in Form einer Spannung gemessen. Durch Drehen der Wägezelle um  $180^\circ$  wirkt das Drehmoment in die entgegengesetzte Richtung und die Auslenkung ändert sich zu  $s_2$ . Mit einer Justiermasse  $m$  auf dem Wägebalken wird anschließend die Lage des Schwerpunkts in  $x$ -Richtung verschoben, bis zu einer Auslenkung von

$$s_3 = \frac{s_1 + s_2}{2}.$$

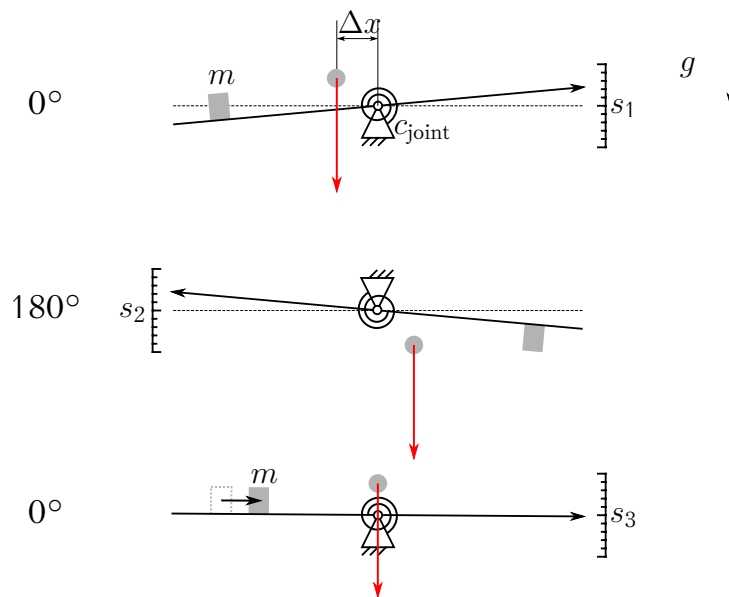


Abbildung 3.6: Justierung der horizontalen Schwerpunktposition mit den Schritten: Messen der Nulllage  $s_1$  in der Drehlage  $0^\circ$  (oben); Messen der Nulllage  $s_2$  in der Drehlage  $180^\circ$  (Mitte); Verschieben der Justiermasse  $m$  (unten)

Analog wird der Schwerpunkt in  $z$ -Richtung justiert wobei die Auslenkung in den Stellungen  $-90^\circ$  und  $90^\circ$  ermittelt wird. Nach erfolgreicher Schwerpunkjustierung ist die Nullposition des unregulierten Wägebalkens für alle Winkel gleich. Abbildung 3.7 zeigt die Spannung des Lagesensors  $U_{\text{PD}}$  während die justierte Wägezelle um  $0^\circ$ ,  $180^\circ$ ,  $90^\circ$  und  $-90^\circ$  geneigt wurde. Das Ändern der Drehlage hatte jeweils eine starke

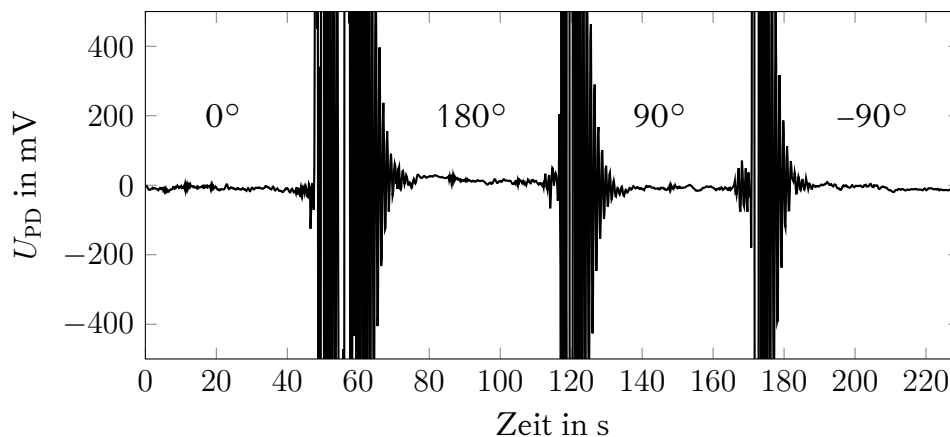


Abbildung 3.7: Signal des Lagesensors in unterschiedlichen Drehlagen der Wägezelle nach dem Justieren

Auslenkung des Wägebalkens zur Folge. Durch die Masse des Wägebalkens (ca. 72 g) kommt es am Festkörpergelenk neben der Biegung auch zu Zug und Scherung. Die

resultierende Translationsbewegung wird ebenfalls vom Lagesensor erfasst wodurch sich die verbleibenden Abweichungen erklären lassen. Zudem erfolgte die Messung ohne Gehäuse wodurch der Wägebalken äußeren Einflüssen ausgesetzt (Erwärmung, Vibrationen) war.

In Abbildung 3.8 ist das CAD-Modell der Wägezelle in zwei Ansichten abgebildet. Die verwendeten Justiermassen sind in Form von Schrauben ausgeführt welche nach

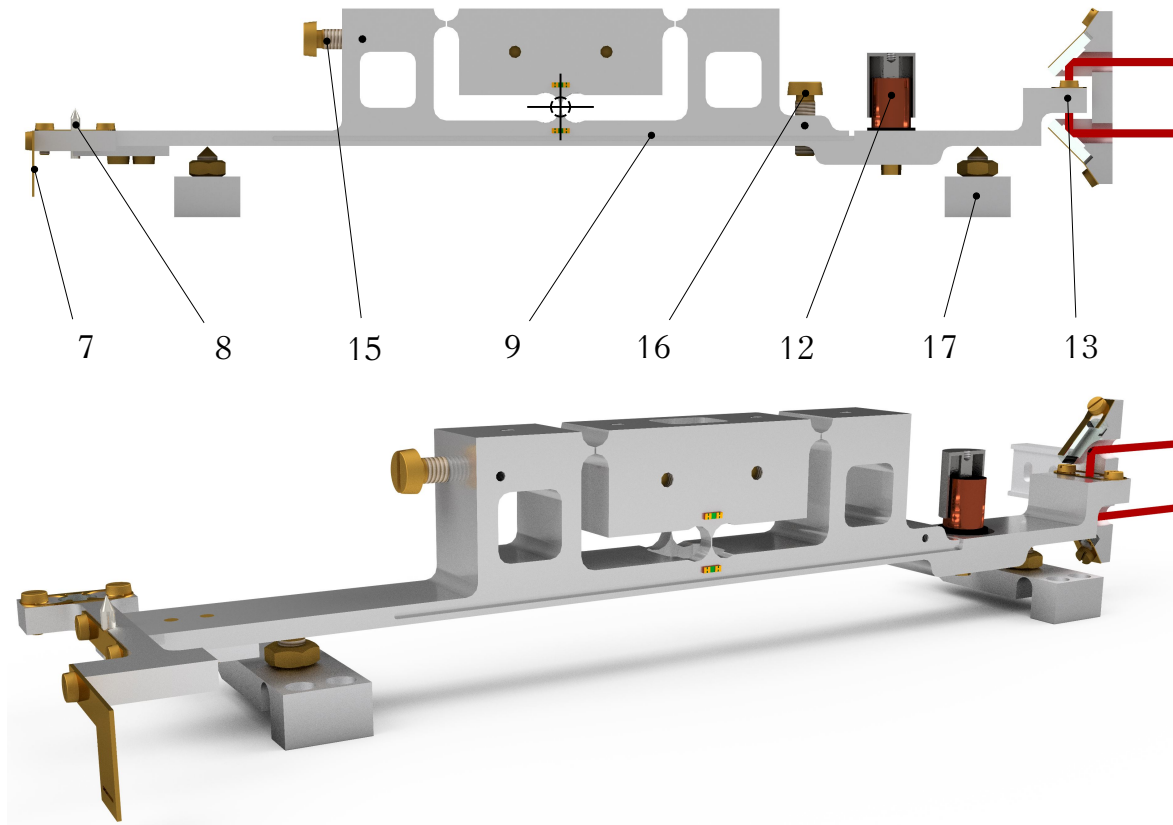


Abbildung 3.8: CAD-Modell der 1WZ. Die Justiermassen dienen zur horizontalen (15) und vertikalen (16) Justierung des Schwerpunkts. Zwei Anschläge (17) begrenzen die Bewegung. (übrige Nummerierung identisch zu Abbildung 3.1)

der Justierung durch Gewindestifte radial gesichert werden. Unter dem Wägebalken befindet sich auf beiden Seiten je ein Anschlag zur Begrenzung der Bewegung auf  $\pm 15 \mu\text{m}$ . Das entspricht einer maximalen Neigung des Wägebalkens und somit der Interferometerspiegel um ca.  $0,5'$ . In diesem Bereich treten bei den Interferometern keine Zählfehler auf.

Als Taster dient ein Titanstift mit angelötetem Diamant in der Form eines Kegelstumpfes. Die kreisförmige Fläche hat einen Durchmesser von  $10 \mu\text{m}$  und wird bei der Kalibrierung mittig mit der Cantileverspitze angetastet. Dadurch ist die Distanz zwischen Krafteinleitungspunkt und Gelenk  $r_{\text{canti}}$  für jede Messung gleich. Auf die

Unsicherheit des Hebelarms wird in Kapitel 6.2.2 eingegangen.

Der geringe Radius einer Cantileverspitze führt selbst bei kleinen Kontaktkräften zu einer elastischen Abplattung der Oberfläche (Hertzsche Pressung). Diamant als Tastermaterial sorgt durch einen großen E-Modul für eine erhöhte Steifigkeit der elastischen Verformung. Außerdem wird eine plastische Verformung bzw. Zerstörung der Oberfläche durch die hohe Zugfestigkeit vermieden.

Die Geometrie des Tasters ermöglicht zudem das Messen von Cantilevern, deren Spitze nicht der niedrigste Punkt ist. In Abbildung 3.9 a) ist beispielsweise ein Trägerchip zu sehen, an dessen Ende sich vier Cantilever befinden. Mithilfe des Tasters (Markierung) kann jeder einzelne separat kalibriert werden. Abbildung 3.9 b) zeigt einen

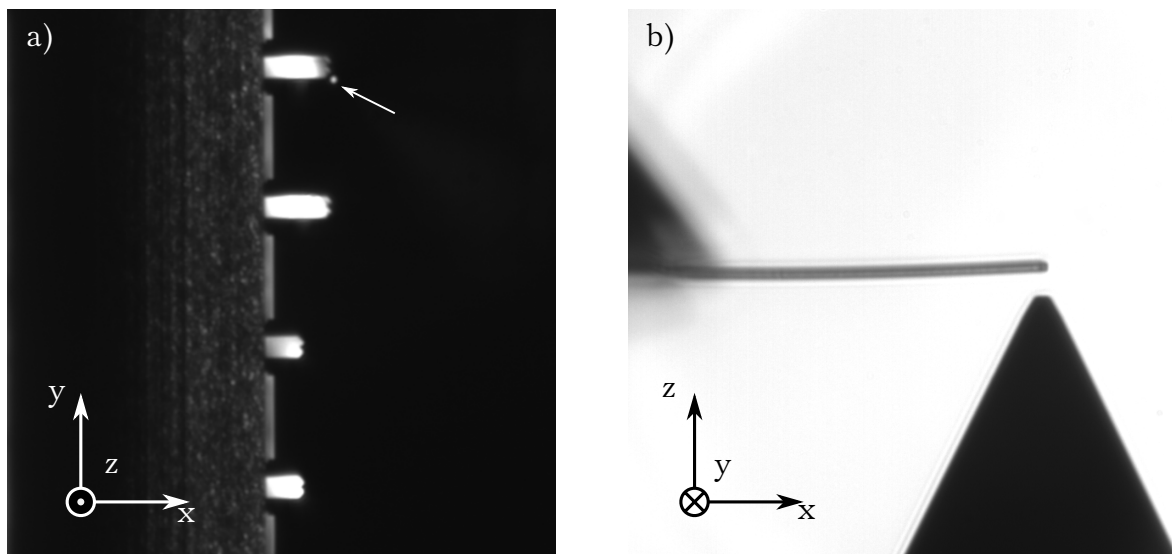


Abbildung 3.9: Beispiele der Cantileverkalibrierung durch gezieltes Antasten des Diamanttasters: a) Trägerchip mit vier Cantilevern im Abstand von  $200\,\mu\text{m}$ ; b) gekrümmter Cantilever ohne Spitze

Cantilever ohne Spitze und mit geringer Vorkrümmung. Durch geeignete Positionierung des Cantilevers wird die Kraft definiert am Ende eingeleitet.

### 3.3.2 Wärmequellen

Der Wägebalken besteht aus Aluminium und weist einen vergleichsweise hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von  $\alpha_{\text{Al}} = 22,5 \cdot 10^{-6}/\text{K}$  auf [41]. Eine gleichmäßige Temperaturänderung ändert die Länge der Hebelarme, sodass sich nach Gleichung 2.2 der folgende Zusammenhang ergibt.

$$\Delta F_{\text{canti}} = B\ell \cdot \frac{r_{\text{coil}} \cdot (1 + \Delta T\alpha)}{r_{\text{canti}} \cdot (1 + \Delta T\alpha)} \cdot \Delta i_{\text{coil}}$$

Wenn der Wägebalken überall die gleiche Temperatur aufweist, ändert sich das Hebelverhältnis nicht. Um den Temperaturgradienten entlang des Wägebalkens zu minimieren, befinden sich die Wärmequellen (Interferometer, Führungen) in möglichst weitem Abstand und werden durch ein Gehäuse isoliert. Die LED des Lagesensors erzeugt ca. 2 mW Verlustleistung wodurch es neben dem Wärmeeintrag auch zu einer Luftströmung kommt. Allerdings wird der Sensor nach dem initialen Regeln auf die absolute Nullposition ausgeschaltet, sodass während der Kraftmessung keine Wärme umgesetzt wird.

Im Cantileverprüfstand befinden sich zwei Interferometer von denen insgesamt drei Interferometerstrahlen am Wägebalken reflektiert werden. Da Interferometer nur zur relativen Positionsmessung dienen, wird der absolute Nullpunkt mit dem zuvor beschriebenen Lagesensor gemessen. Beide Interferometer verwenden je einen fasergekoppelten Laser mit einer Leistung  $< 5$  mW. Die Strahlen werden jeweils an einem Oberflächenspiegel zu  $> 98\%$  reflektiert. Somit ist der Wärmeeintrag auf den Wägebalken gering und wird bei den folgenden Abschätzungen vernachlässigt. Erst an den Photodioden wird der Strahl vollständig absorbiert und durch die Verstärkelektronik noch weitere Wärme erzeugt. Durch den Abstand von ca. 200 mm zum Gehäuse der Wägezelle ist der Einfluss verglichen mit den anderen Wärmequellen allerdings gering.

Die Spule ist die einzige Wärmequelle welche auch während der Messung Wärme auf den Balken einträgt und sich prinzipbedingt direkt auf dem Wägebalken befindet. Deren Verlustleistung wird mit  $\dot{Q} = 0,125$  mW (siehe Gleichung 3.7) angenommen. In Abbildung 3.10 ist das thermische Ersatzmodell des Wägebalkens dargestellt. Die Wärme der Spule  $\dot{Q}_{\text{coil}}$  wird in den Balken eingeleitet und durch drei verschiedene Effekte davon abgeführt: Konvektion  $\dot{Q}_{\text{konv}}$ , Wärmestrahlung  $\dot{Q}_{\text{rad}}$  und Wärmeleitung durch das Festkörpergelenk  $\dot{Q}_{\text{joint}}$ . Konvektion und Wärmestrahlung treten auf der gesamten Balkenoberfläche auf, wohingegen die Wärmeleitung nur durch das Festkörpergelenk möglich ist.

Im Folgenden soll die Änderung des Hebelverhältnisses  $\frac{r_{\text{canti}}}{r_{\text{coil}}}$  durch den Wärmeeintrag abgeschätzt werden. Der ungünstigste Fall besteht darin, dass die komplette Wärme durch den Balken geleitet und auf der Seite des Cantilevers in Form von Konvektion und Strahlung abgeführt wird. So ist der Temperaturgradient entlang der Balkenachse maximal und dadurch die Änderung des Hebelverhältnisses am größten.

Der Querschnitt des Wägebalkens ist an jeder Stelle mindestens  $A = 45 \text{ mm}^2$  und die Wärmeleitfähigkeit des verwendeten Aluminiums beträgt  $\lambda_{\text{Al}} = 130 \text{ W/(K m)}$  [41]. Laut dem Fourierschen Gesetz gilt für die Wärmeleitung im eindimensionalen Fall



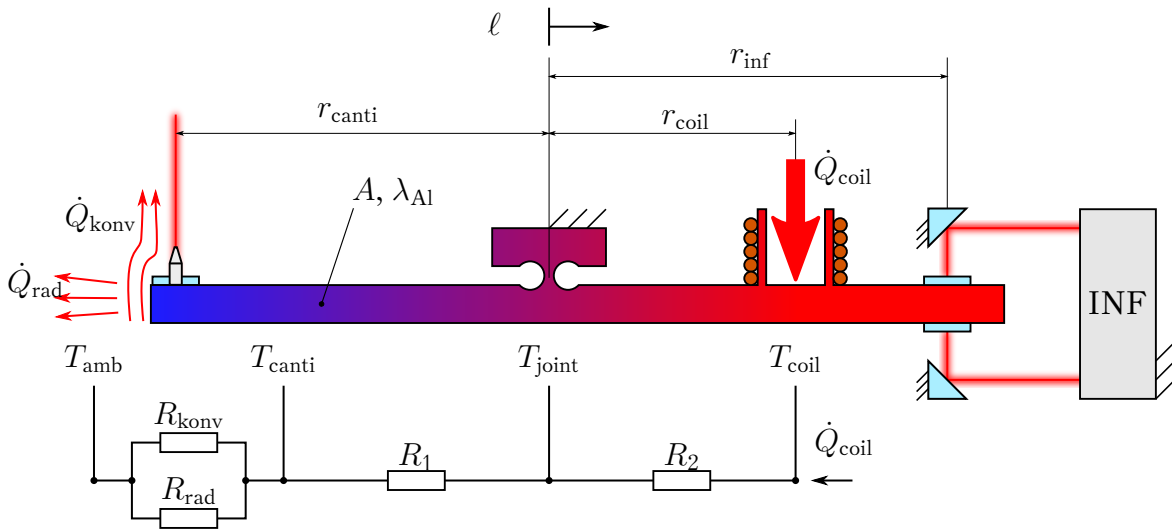


Abbildung 3.10: konservative Abschätzung des Temperatureinflusses auf das Hebelverhältnis der Wägezelle

der folgende Zusammenhang.

$$\frac{dT}{d\ell} = -\frac{\dot{Q}}{A \cdot \lambda_{Al}} \quad (3.2)$$

Daraus ergibt sich ein Temperaturgradient von  $dT/d\ell = 21,37 \text{ mK/m}$ . Ein infinitesimales Stück des Balkens mit der unverformten Länge  $d\ell$  wird bei Erwärmung auf die Länge  $\tilde{d\ell}$  verformt.

$$\tilde{d\ell} = (1 + \alpha_{Al} \cdot \frac{dT}{d\ell} \cdot \ell) d\ell$$

Durch Integration beider Seiten und erhält man die verformte Gesamtlänge,  $L$ .

$$\int_0^L \tilde{d\ell} = \int_0^{L_0} (1 + \alpha_{Al} \cdot \frac{dT}{d\ell} \cdot \ell) d\ell \quad (3.3)$$

$$L = \ell \left( 1 + \frac{\alpha_{Al}}{2} \cdot \frac{dT}{d\ell} \cdot \ell \right) \Big|_0^{L_0} \quad (3.4)$$

Das gestellfeste Drehgelenk ist als Nullpunkt definiert und dessen Temperatur  $T_{joint}$  dient als Referenz. Der ermittelte Temperaturgradient hat eine nach Gleichung 3.4 eine Ausdehnung von  $r_{coil} = 65 \text{ mm} + 1,0 \text{ nm}$  und ein Zusammenziehen von  $r_{canti} = 100 \text{ mm} - 2,4 \text{ nm}$  zur Folge. Die relative Änderung des Hebelverhältnisses  $\frac{r_{canti}}{r_{coil}}$  ist mit  $4 \cdot 10^{-7}$  vernachlässigbar gering. Der Abstand zwischen Interferometer und Drehgelenk  $r_{inf} = 100 \text{ mm}$  ändert sich durch den Temperaturgradienten nicht. Denn wie in Abbildung 3.10 zu sehen ist, verschieben sich bei Ausdehnung des Balkens die



abgeleitet und haben keinen Einfluss auf die Kraftmessung. Der Eisenkreis schirmt externe Magnetfelder von der Spule ab, sodass diese nur dem Magnetfeld des Dauermagneten ausgesetzt ist. Der Topfmagnet ist Teil eines kommerziellen Linearantriebs [59] mit einem Dauermagneten aus Neodym-Eisen-Bor. Dessen magnetischer Fluss wird, wie in Abbildung 3.3 dargestellt, durch einen Eisenkreis und einen radialen Luftspalt geleitet. In diesem befindet sich ein dünnwandiger Aluminiumträger mit aufgewickelter Spule. Sie besteht aus 143 orthozyklisch gewickelter Windungen Kupferlackdraht mit einem Durchmesser von  $100\ \mu\text{m}$ .

Die zwei Leitungen zur Spule müssen die Bewegung des Wägebalkens ermöglichen, ohne die Kraftmessung zu beeinflussen. Da es sich bei der Bewegung um eine reine Drehung handelt, ist die Relativbewegung in der Drehachse am geringsten. Aus diesem Grund werden die Leitungen jeweils zu einer Platine ober- bzw. unterhalb des Drehgelenks geführt und dort durch gebogene Drähte verbunden. Diese haben eine Länge von  $\ell_{\text{Draht}} = 12\ \text{mm}$  und eine maximale Entfernung von ca.  $r = 4\ \text{mm}$  zur Drehachse. In Abbildung 3.12 sind die Drähte sowie das Festkörpergelenk zu sehen. Um den Einfluss auf die Gesamtsteifigkeit abzuschätzen, werden die Drähte als ein

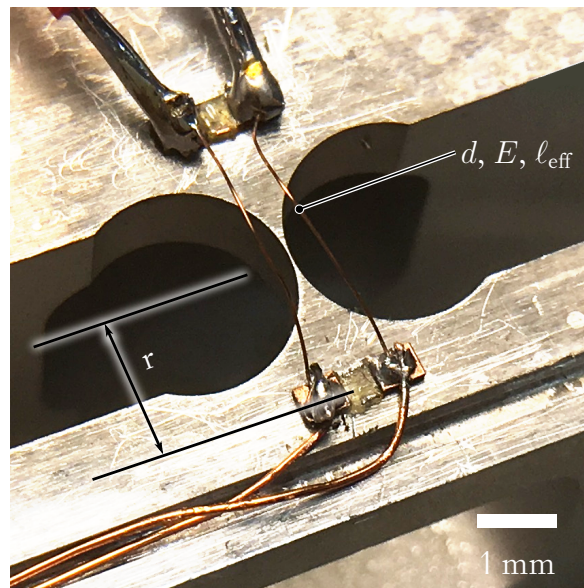


Abbildung 3.12: Übertragung des Stroms auf dem bewegten Teil des Wägebalkens durch nicht isolierte Drähte

eingespannter Biegebalken mit freiem Ende modelliert. Die effektive Länge wird konservativ mit  $\ell_{\text{eff}} = \ell_{\text{Draht}}/2 = 6\ \text{mm}$  abgeschätzt, sodass sich für die Durchbiegung folgende Gleichung ergibt.

$$w(\ell_{\text{eff}}) = \frac{F \cdot \ell_{\text{eff}}^3}{3 \cdot E \cdot I_z} \quad (3.5)$$

Die Drehsteifigkeit der zwei Drähte gibt das eingeleitete Drehmoment in Abhängigkeit vom Drehwinkel  $\varphi$  an.

$$\tilde{c}_{\text{Drähte}} = \frac{2 \cdot M}{\varphi} = \frac{2 \cdot F \cdot r^2}{w(\ell_{\text{eff}})} \quad (3.6)$$

Die Querschnittsfläche der Drähte ist kreisförmig und hat einen Durchmesser von  $D = 100 \mu\text{m}$ . Aus den Gleichungen 3.5 und 3.6 ergibt sich folgender Beitrag der Drähte an der Drehsteifigkeit der Wägezelle.

$$\tilde{c}_{\text{Drähte}} = \frac{3 \cdot r^2 \cdot E \cdot \pi \cdot D^4}{32 \cdot \ell_{\text{eff}}^3} = 0,25 \text{ mN} \cdot \text{m/rad}$$

Das Rückstellmoment der Drähte wirkt parallel zu dem des Festkörpergelenks so dass sich die Steifigkeiten zu einer Gesamtsteifigkeit addieren. Daraus resultiert am Kraftangriffspunkt eine Steifigkeit von

$$c_{\text{ges}} = c_{\text{joint}} + c_{\text{Drähte}} = 1,00 \text{ N} \cdot \text{m/rad}.$$

Die Spule hat einen Widerstand von  $R_{\text{coil}} = (1,2551 \pm 0,0004) \Omega$ , in dem auch der Widerstand der Zuleitungen enthalten ist. Durch die geringen Kräfte während der Cantileverkalibrierung sind typischerweise nur geringe Ströme von  $i_{\text{coil}} \leq 10 \text{ mA}$  notwendig. Der resultierende Wärmeeintrag auf den Wägebalken berechnet sich aus der Verlustleistung.

$$P = R_{\text{coil}} \cdot i_{\text{coil}}^2 \leq 0,125 \text{ mW} \quad (3.7)$$

### 3.3.4 Nulllageindikatoren

Wie bei kommerziellen Wägezellen wird mit einer Schlitzblende die Nullposition des Wägebalkens reproduzierbar und absolut bestimmt. So befindet sich die Spule bei jeder Messung an der selben Stelle im Magnetfeld. Zum Erhöhen der Kraftauflösung wird die Position des Wägebalkens zusätzlich durch ein hochauflösendes Differenzinterferometer gemessen (siehe Gleichung 2.3). Zu Beginn einer Messung wird der Wägebalken in die Nullposition der Schlitzblende geregelt und dort die Null des Interferometers definiert. Während der Messung wird ausschließlich auf die Nullposition des Interferometers geregelt und die LED der Schlitzblende abgeschaltet.

### 3.3.4.1 Schlitzblende

Der Positionssensor besteht aus einer Infrarot-LED deren Licht mittig auf eine Doppelphotodiode trifft. Wie Abbildung 3.13 zeigt, sind diese Elemente gestellfest und mit einem Abstand zueinander angeordnet. Darin befindet sich eine schlitzförmige

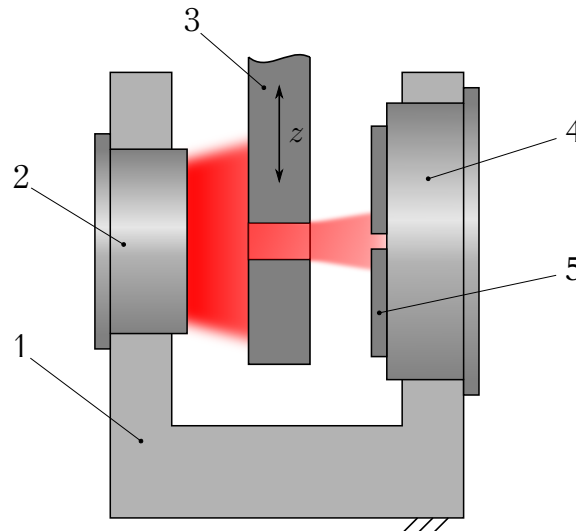


Abbildung 3.13: Positionssensor der Wägezelle zum reproduzierbaren Bestimmen der Nullposition bestehend aus: (1) Gestellfester Halter; (2) Infrarot-LED; (3) Schlitzblende am Wägebalken; (4) Doppelphotodiode; (5) Lichtempfindlicher Bereich

Blende, welche mit dem Wägebalken verbunden ist und einen Teil des Lichts abgeschattet. Die Photoströme der Photodioden  $i_1$  und  $i_2$  werden jeweils durch einen Transimpedanzverstärker in eine Spannung  $U_1$  und  $U_2$  umgewandelt und verstärkt ( $Z = 1 \cdot 10^5 \text{ V/A}$ ). Wenn die Blende mittig ausgerichtet ist, gelangt der gleiche Lichtstrom auf die Photodioden und die Differenzspannung  $U_2 - U_1$  ist Null. Wird die Blende in  $z$ -Richtung bewegt ändern sich die Intensitäten auf den Photodioden und dadurch die Differenzspannung proportional zur Position der Blende. Durch den linearen Zusammenhang zwischen Lichtstrom und Photostrom haben Intensitätsänderungen der LED, bei gleichen Empfindlichkeiten und Verstärkungsfaktoren, keinen Einfluss auf die Nullposition des Sensors.

Die Blende befindet sich in einem Abstand von  $(104 \pm 1) \text{ mm}$  zum Drehgelenk und weist eine Empfindlichkeit von ca.  $12,5 \text{ V/mm}$  auf. Das Rauschen der Auswerteelektronik beträgt ca.  $5 \mu\text{V}$ .

Bei dem in [73] beschriebenen Sensor wird anstatt der Blende eine zylindrische Linse bewegt. Diese fokussiert das kollimierte Licht zu einer Linie auf die Grenzfläche zwischen den Photodioden. Die Linse absorbiert im Gegensatz zur Blende kein Licht

und sorgt durch die geringe Breite der abgebildeten Linie für eine hohe Sensitivität. Allerdings ist diese Optik anfälliger auf Störungen wie beispielsweise eine axiale Verschiebung der Linse in  $x$ -Richtung. Außerdem wird der Positionssensor nur zur initialen Bestimmung der Nullposition verwendet. Für diese Anwendung ist die erreichbare Positionsauflösung ausreichend.

### 3.3.4.2 Interferometer

Das verwendete Interferometer basiert auf dem in [10] vorgestellten Planspiegelninterferometer und dessen funktionsrelevante Baugruppen wurden von der SIOS Meßtechnik GmbH beschafft [87]. Aus den Baugruppen wurde ein auf den Bauraum angepasstes Differenzinterferometer aufgebaut, justiert und in Betrieb genommen. Es handelt sich um ein Homodyninterferometer mit einem Aufbau nach Michelson [58]. Der wesentliche Unterschied zum ursprünglichen Michelson-Interferometer besteht in der Verwendung polarisationsoptischer Effekte zur Auswertung.

Als Lichtquelle dient ein stabilisierter HeNe-Laser mit einer Wellenlänge von 633 nm.

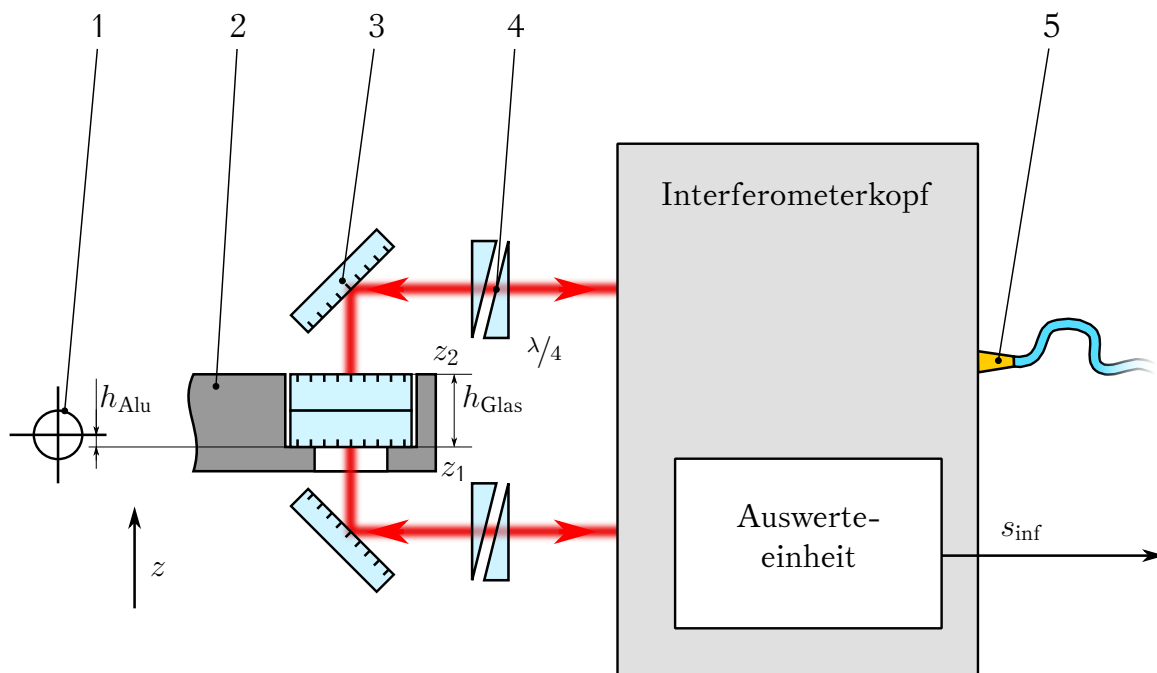


Abbildung 3.14: Differenzinterferometer zum Messen der Position des Wägebalkens bestehend aus: (1) Drehachse; (2) Wägebalken; (3) Oberflächenspiegel; (4) Drehkeilpaar; (5) Lichtwellenleiter;

Das Licht gelangt durch einen Lichtwellenleiter zum Interferometerkopf, welcher in Abbildung 3.14 dargestellt ist. Es folgen für beide Strahlen ein Drehkeilpaar zur Fein-

justierung der Strahlrichtung und ein gestellfester Umlenkspiegel. Die Strahlen sind nun kollinear und werden an Spiegeln auf der Ober- bzw. Unterseite des Wägebalkens in sich zurück reflektiert. Durch Bewegung des Wägebalkens wird ein Strahl verkürzt während sich der andere verlängert, sodass es zu einer Verdopplung der Empfindlichkeit kommt.

Der Vorteil dieses Aufbaus besteht in der Symmetrie der Messarme zueinander und der dadurch gleichen Strahllängen, Glaswege und Anzahl an Strahlumlenkungen. Des Weiteren ist in der Nulllage der Gangunterschied zwischen den Messstrahlen (Totstrecke) Null. Eine Brechzahländerung der Luft durch Umwelteinflüsse (Temperatur, Feuchte, Luftdruck) ändert die Wellenlänge und somit die Sensitivität, nicht aber die Nullposition des Interferometers.

Bei den Messspiegeln handelt es sich um zwei Oberflächenspiegel deren Rückseiten aufeinander liegen. So ist die Parallelität der Spiegelflächen unabhängig von den Fertigungstoleranzen des Wägebalkens und laut Hersteller besser als  $1'$  [26]. Die stark unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Quarzglas und Aluminium werden, wie in Abbildung 3.14 zu sehen ist, durch unterschiedliche Abstände zur Drehachse berücksichtigt. Bei gleichmäßiger Erwärmung des Wägebalkens verschieben sich die Spiegelflächen  $z_1$  und  $z_2$  in  $z$ -Richtung.

$$\begin{aligned}\Delta z_1 &= -\alpha_{\text{Al}} \cdot h_{\text{Al}} \cdot \Delta T \\ \Delta z_2 &= (-\alpha_{\text{Al}} \cdot h_{\text{Al}} + h_{\text{Gl}} \cdot \alpha_{\text{Gl}}) \cdot \Delta T\end{aligned}\tag{3.8}$$

Die Spiegelflächen müssen sich um den gleichen Betrag in die entgegengesetzte Richtung bewegen, damit die Bewegung durch das Interferometer nicht als Auslenkung interpretiert wird.

$$\Delta z_1 = -\Delta z_2$$

Mit den Gleichungen 3.8 ergibt sich das folgende Höhenverhältnis, welches bei der Konstruktion des Wägebalkens berücksichtigt wurde.

$$\frac{h_{\text{Al}}}{h_{\text{Gl}}} = \frac{\alpha_{\text{Glas}}}{\alpha_{\text{Al}} \cdot 2}$$

## 3.4 Positionierung des Cantilevers

Der Cantilever wird während der Kalibrierung auf den quasistatischen Taster der Wägezelle gedrückt. Die grobe Positionierung des Cantilevers erfolgt durch drei Spindelführungen anhand eines Kamerabildes. Mithilfe eines Piezoaktors wird der Cantilever

während der Messung positioniert und durch ein Differenzinterferometer dessen  $z$ -Position gemessen.

### 3.4.1 Piezo und Führungen

Die grobe Positionierung des Cantilevers erfolgt durch drei Spindelführungen in  $y$ ,  $x$  und  $z$  mit einem Stellbereich von 100, 25 und 25 mm [71, 72]. Der lange Hub der  $y$ -Achse wird beim Ein- und Ausbau des Cantileverhalters genutzt. Durch das vergleichsweise große Umkehrspiel von  $1\text{ }\mu\text{m}$  werden die Führungen während der Messung nicht verwendet. Stattdessen wird ein Piezoaktor mit einem Stellbereich von  $100\text{ }\mu\text{m}$  zur feinen Positionierung des Cantilevers genutzt. Wie die Führungen, verfügt dieser über eine interne Wegmessung auf dessen Signal die Position geregelt wird. Die Wiederholgenauigkeit des Piezostellers liegt bei  $1\text{ nm}$  [70]. Trotz der ho-

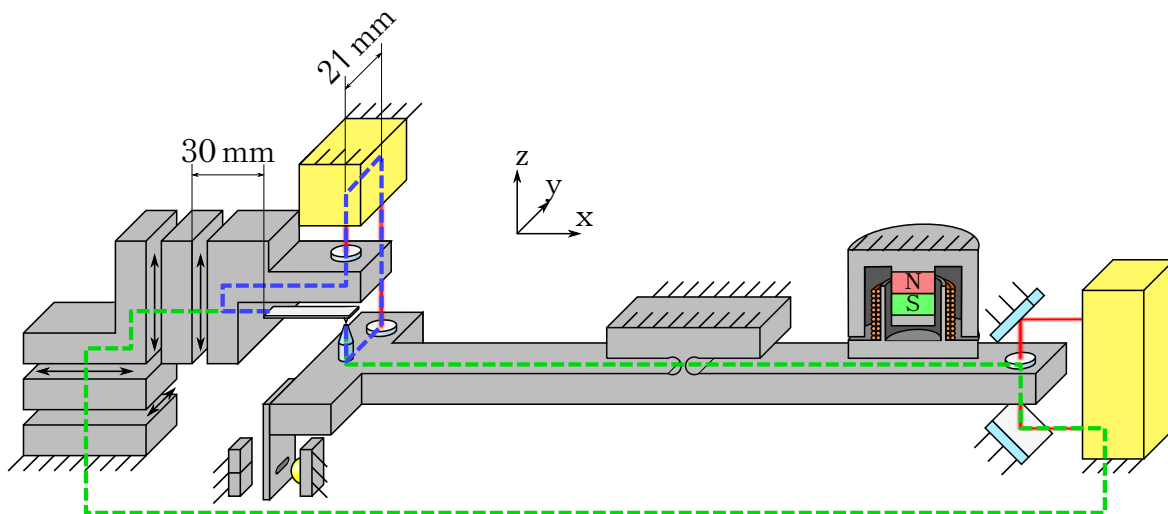


Abbildung 3.15: Metrologische Kette zum Messen der Cantileverposition mit dem Piezo (grün) und dem Differenzinterferometer (blau)

hen Positionsauflösung von  $100\text{ pm}$  wird die Position des Cantilevers zusätzlich mit einem Interferometer gemessen (Kapitel 3.4.2). Denn durch einen Abstand von ca.  $30\text{ mm}$  zwischen Cantilever und Piezo kommt es zu einem Abbefehler. Die maximale Neigung des Piezos beträgt  $3\text{ }\mu\text{rad}$  [70] und verursacht  $90\text{ nm}$  Positionierabweichung. Des Weiteren befinden sich die Führungen, Grundplatte, Differenzinterferometer und Wägebalken in der metrologischen Kette. Durch thermische Ausdehnung und Kriechen dieser Bauteile ändert sich die Relativposition von Cantilever und Taster. In Abbildung 3.15 ist die metrologische Kette für die Messung mit dem Wegsensor des Piezos in grün dargestellt. Im Vergleich dazu ist die metrologische Kette des Diffe-



renzinterferometers in blau eingezeichnet in der sich nur der Cantileverhalter und ein Teil des Wägebalkens befinden.

### 3.4.2 Interferometer

Das verwendete Differenzinterferometer vom Typ SP2000 DI der Firma SIOS arbeitet ebenfalls nach dem in Kapitel 3.3.4.2 vorgestellten Prinzip [87]. Die beiden Messstrahlen werden von Spiegeln auf dem Cantileverhalter bzw. dem Wägebalken reflektiert und messen deren Relativlage. Eine Nullpunktdrift der Wägezelle wird durch das Interferometer erfasst und hat daher keinen Einfluss auf die Positionsmessung. Der Cantilever befindet sich nach dem Abbesehen Komparatorprinzip in Verlängerung eines Interferometerstrahls. In Gegensatz dazu weist der zweite Strahl einen  $y$ -Abstand von 21 mm auf. Zudem hat er einen Versatz in  $x$ -Richtung eine Änderung der Hebelverhältnisse zur Folge. Da der Wägebalken sich während der Messung jedoch immer in der gleichen Position befindet, haben diese Abweichungen keinen Einfluss.

Die Strahlen weisen in der Nulllage einen Gangunterschied (Totstrecke) von ca. 15 mm auf. Mithilfe der Edlén-Formel wird die Brechzahl der Luft in Abhängigkeit von Temperatur, Feuchte und Luftdruck abgeschätzt und so der Längenmesswert korrigiert [8]. Bei Messungen im Vakuum tritt dieser Fehler nicht mehr auf.

In diesem Interferometer befindet sich ein Schwinger zum Anpassen der Amplituden- und Offsetkorrektur. Während der Messungen ist dieser allerdings deaktiviert, um Störungseinflüsse zu minimieren.

### 3.4.3 Kamera/ Beleuchtung

Die Spitze des Cantilevers wird vor der Messung mittig über dem Messtaster positioniert. Der geringe Durchmesser von  $10\text{ }\mu\text{m}$  macht das Positionieren mit bloßem Auge unmöglich. Aus diesem Grund verfügt der Cantileverprüfstand über eine Kamera, welche den Cantilever zum eindeutigen Positionieren aus zwei Richtungen beobachtet. In Abbildung 3.16 sind schematisch der Beleuchtungs- und Beobachtungsstrahlengang der Seitenansicht dargestellt. Das Licht einer LED (4) wird durch einen Reflektor kollimiert, beleuchtet den Cantilever (6) im Durchlicht und wird an einer Strahlteilerplatte (2) in die Kamera (1) reflektiert. Der große Arbeitsabstand von 86 mm limitiert das Auflösungsvermögen auf  $3,3\text{ }\mu\text{m}$  (nach Halbwertsbreite) [92]. Nach der Positionierung des Cantilevers in  $xz$ -Ebene, wird die Kamera in  $z$ -Richtung verfahren (Abbildung 3.17). Ein Umlenkspiegel (3) oberhalb des Cantilevers ermöglicht

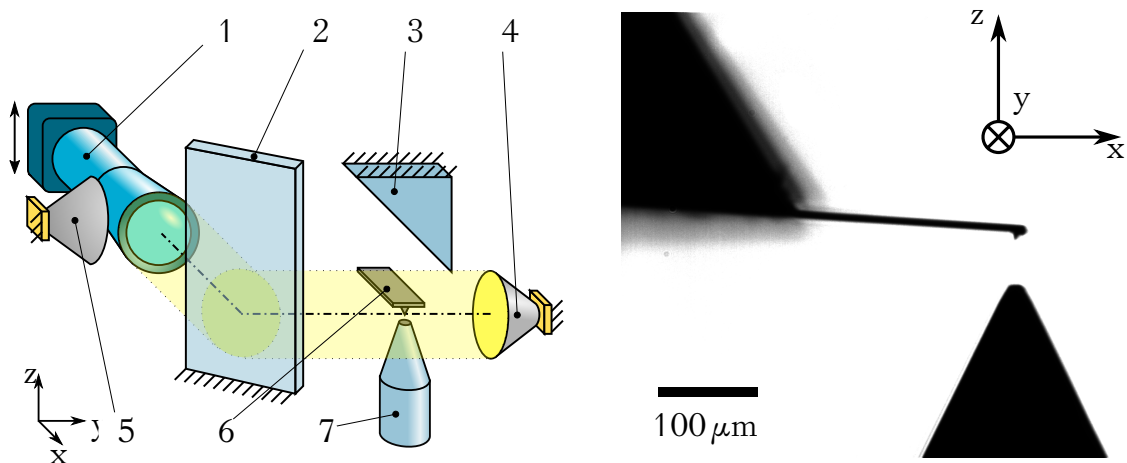


Abbildung 3.16: Beobachtung des Cantilevers von der Seite mit Durchlichtbeleuchtung (links) mit den Bauteilen: (1) Kamera; (2) Strahlteilerplatte; (3) Spiegel; (4,5) LED mit Reflektor; (6) Cantilever; (7) Taster  
Kamerabild aus dieser Perspektive (rechts)

die Beobachtung in  $xy$ -Ebene und somit die Positionierung der Cantileverspitze über dem Taster (7). Über die Strahlteilerplatte wird das Licht einer zweiten LED (5) eingespiegelt und beleuchtet den Cantilever im Auflicht. Unter dieser Beleuchtung ist die runde Fläche des Tasters als heller Kreis zu erkennen.

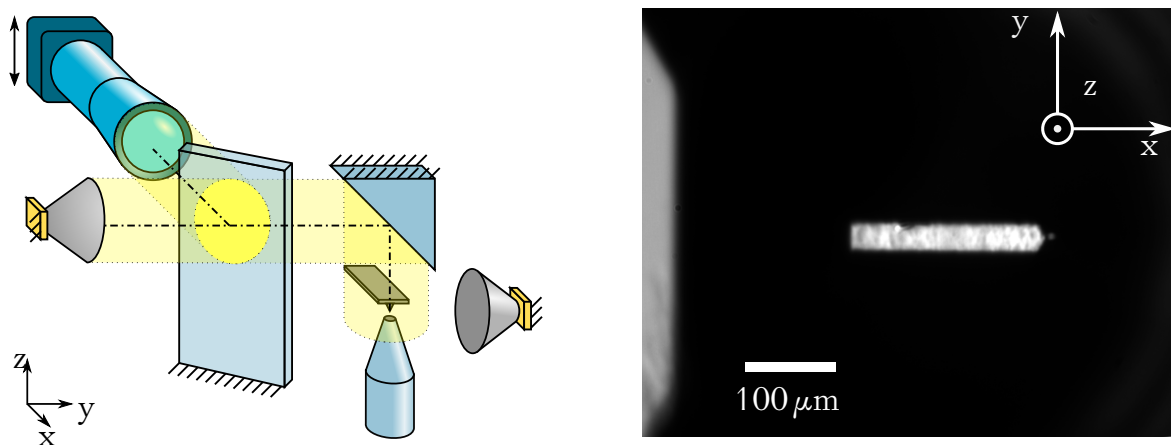


Abbildung 3.17: Beobachtung des Cantilevers in der Draufsicht mit Auflichtbeleuchtung (links) sowie das Kamerabild (rechts)

### 3.5 Kalibrierung

Die Kraft auf den Taster errechnet sich nach Gleichung 2.2 aus dem Spulenstrom und dem Term  $\tilde{B}\ell \cdot \frac{r_{\text{coil}}}{r_{\text{canti}}}$ . Das Hebelverhältnis sowie die Kraftkonstante der Spule sind

konstant und werden daher zu einer effektiven Kraftkonstante zusammengefasst.

$$B\ell = \tilde{B}\ell \cdot \frac{r_{\text{coil}}}{r_{\text{canti}}}$$

Das separate Messen bzw. Schätzen der einzelnen Größen führt zu großen Messunsicherheiten, weshalb sie in einer Kalibrierung gemeinsam gemessen werden. Mit dem Wissen über die effektive Kraftkonstante errechnet sich die Kraft nach folgender Gleichung.

$$F_{\text{canti}} = B\ell \cdot i_{\text{coil}} \quad (3.9)$$

Typischerweise werden kraftkompensierte Wägezellen durch das Auflegen von Prüfgewichten kalibriert [19, 44]. Aufgrund der geringen Kraftkonstante, liegt die maximal messbare Kraft der 1WZ bei ca.  $250\,\mu\text{N}$ . Prüfgewichte in dieser Gewichtsklasse weisen eine hohe relative Messunsicherheit auf. Des Weiteren müssten die Gewichte mangels Waagschale direkt auf den Wägebalken gelegt werden. Die große Unsicherheit des dann wirksamen Hebelarms  $r_{\text{canti}}$  hätte einen starken Einfluss auf die notwendige Kompensationskraft. Daher wurde die Kalibrierung der Wägezelle nicht mit Prüfgewichten durchgeführt.

In den folgenden Kapiteln wird die Kalibrierung durch zwei unabhängige Messungen beschrieben und anschließend die ermittelten Werte miteinander verglichen.

### 3.5.1 Statische Kalibrierung

Bei der statischen Kalibrierung wird eine bekannte Kraft  $F_{\text{ref}}$  in den Taster eingeleitet und der notwendige Kompensationsstrom  $i_{\text{ref}}$  zum Regeln in die Nullposition ermittelt. Mit Gleichung 3.9 berechnet sich nach dem Einschwingprozess die effektive Kraftkonstante durch folgende Formel.

$$B\ell_{\text{stat}} = \frac{F_{\text{ref}}}{i_{\text{ref}}} \quad (3.10)$$

Die Referenzkraft wird durch eine kommerzielle EMK-Wägezelle (4) Sartorius WZ2P-CW erzeugt [81]. Wie in Abbildung 3.18 dargestellt, wird die Kraft über einen Stab mit einer daran befestigten Blattfeder (1) in den Taster (2) der 1WZ Wägezelle (5) eingeleitet. Beide Wägezellen haben im geregelten Betrieb eine sehr hohe Steifigkeit, sodass die Kraft bei direktem Kontakt bis zur Strombegrenzung erhöht wird. Durch die Blattfeder wird dieses Verhalten verhindert und Beschädigungen während der Justierung vermieden. Das entstehende Drehmoment durch die Länge der Blattfeder

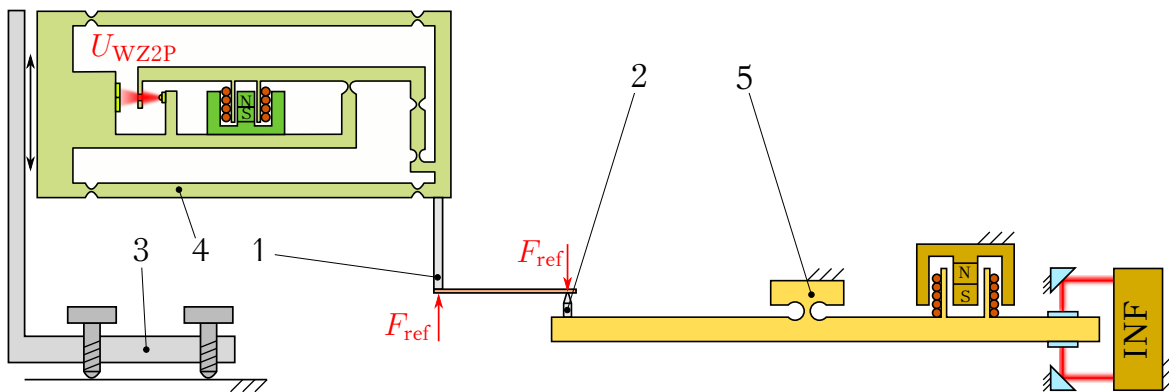


Abbildung 3.18: Statische Kalibrierung der geregelten 1WZ durch die WZ2P im gesteuerten Betrieb (Nummerierung identisch zu Abbildung 3.19)

wird vom Mechanismus der WZ2P aufgenommen. Trotz der Blattfeder beeinflussen sich die Regler der Wägezellen gegenseitig und führen zu instabilem Verhalten bzw. stark verlängerten Einschwingzeiten. Aus diesem Grund wird der Spulenstrom der WZ2P  $i_{WZ2P}$  und somit die Kompensationskraft während der Kalibrierung in diskreten Stufen gesteuert und nicht geregelt.

Die 1WZ befindet sich direkt auf einer Grundplatte mit drei verstellbaren Füßen, welche mithilfe einer Dosenlibelle horizontal ausgerichtet wurde. Eine weitere Platte sowie ein Hubtisch (3) wurden verwendet, um die WZ2P ebenfalls horizontal auszurichten und in geringem Abstand zum Taster zu positionieren. In Abbildung 3.19 ist der experimentelle Aufbau auf der Grundplatte zu sehen. Zur Reduzierung der Stö-

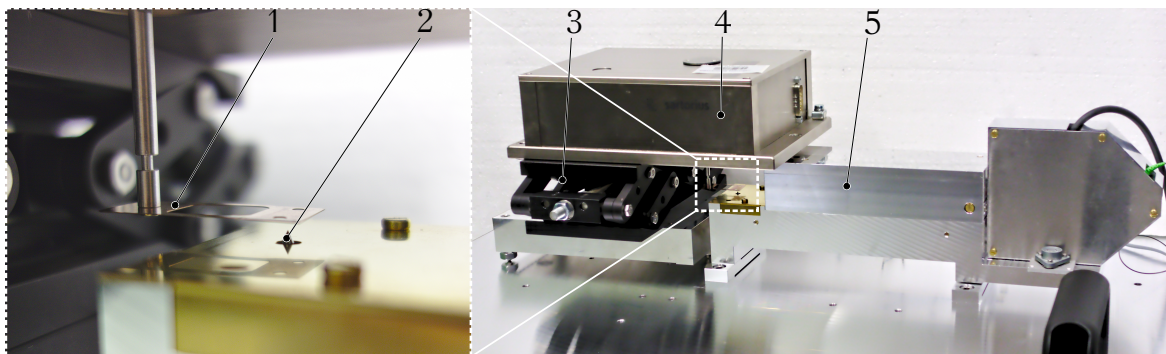


Abbildung 3.19: Versuchsaufbau der statischen Kalibrierung (ohne Vakuumkammer) mit den Bauteilen: (1) Blattfeder; (2) Taster der 1WZ; (3) Grundplatte und Hubtisch; (4) gesteuerte WZ2P Wägezelle; (5) geregelte 1WZ Wägezelle

reinflüsse wurde die Kalibrierung in der Vakuumkammer, allerdings bei Normaldruck, durchgeführt. Die Position des WZ2P-Wägebalkens wird in Form einer Spannung von einem optischen Sensor gemessen (siehe Kapitel 3.3.4.1).

Zu Beginn der Messung befinden sich die Wägezellen nicht im Kontakt miteinander, sodass die Kraft der Spule ausschließlich zum Auslenken der WZ2P führt. Die Auslenkung  $s_{WZ2P}$  ist proportional zum Spulenstrom  $i_{WZ2P}$ .

$$F_{WZ2P} = B\ell_{WZ2P} \cdot i_{WZ2P} = c_{WZ2P} \cdot s_{WZ2P}$$

Der Faktor  $c_{WZ2P}$  enthält die effektive Steifigkeit der Waage sowie die Empfindlichkeit des Positionssensors. Sobald der Kontakt zum Taster der 1WZ besteht, wird die Steifigkeit der Blattfeder parallel geschaltet. Da die Kraft der Blattfeder auf beide Wägezellen wirkt, dient sie als Referenzkraft  $F_{\text{ref}}$  und wird nach folgender Gleichung berechnet.

$$F_{\text{ref}} = B\ell_{WZ2P} \cdot i_{WZ2P} - s_{WZ2P} \cdot c_{WZ2P} \quad (3.11)$$

In Abbildung 3.20 sind die zeitlichen Verläufe von Strom und Position beider Wägezellen dargestellt. Die Dauer jeder Laststufe beträgt 100 s mit einer Einschwingzeit von

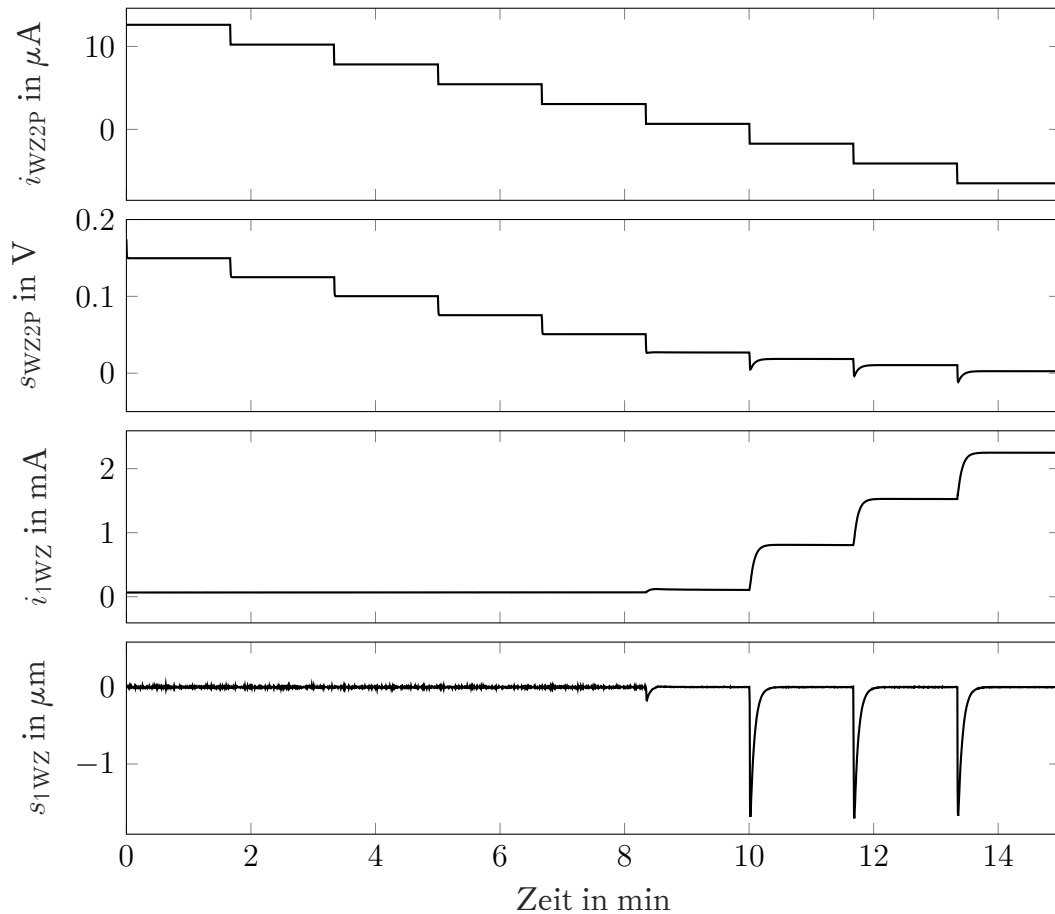


Abbildung 3.20: Rohdaten der statischen Kalibrierung über einen Lastzyklus. Nach ca. 8 min kommt es zum Kontakt zwischen den Wägezellen.

ca. 10 s. Aus den Werten der letzten 40 s jeder Laststufe wurde jeweils der Mittelwert bestimmt. In Abbildung 3.21 sind die gemittelten Messwerte der WZ2P gegenein-

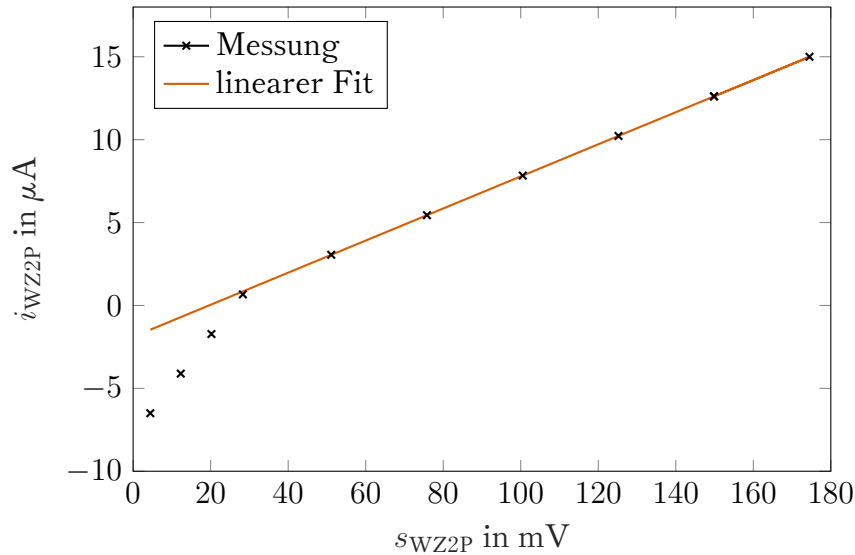


Abbildung 3.21: Kraft-Weg-Kennlinie der WZ2P während der statischen Kalibrierung

ander aufgetragen. Der Spulenstrom repräsentiert die Kraft und die Spannung des Lagesensors die Position. Die kontaktlosen Messpunkte befinden sich nach dem Knick und werden durch eine lineare Regressionsgerade (orange) angenähert. Dessen Anstieg entspricht dem Wert  $c_{WZ2P}$  sodass nach Gleichung 3.11 die Referenzkraft in jeder Laststufe berechnet werden kann.

Unmittelbar vor der Kalibrierung der 1WZ wurde die effektive Kraftkonstante  $B\ell_{WZ2P}$  der WZ2P durch mehrmaliges Auflegen eines Drahtgewichtes ermittelt. Es handelt sich um ein Prüfgewicht der OIML-Klasse E0 mit einer Masse von 20 mg. Einflüsse durch die angebaute Blattfeder oder Schrägstellung wurden auf diese Weise mit kalibriert. Mit der Referenzkraft und dem Kompensationsstrom in der 1WZ in jeder Laststufe lässt sich deren effektive Kraftkonstante  $B\ell_{1WZ}$  nach Gleichung 3.10 berechnen. Die Ergebnisse einer Langzeitmessung über zwei Tage hinweg ist in Abbildung 3.22 dargestellt. Das Ergebnis der statischen Kalibrierung beträgt  $\overline{B\ell}_{stat} = 25,904 \text{ mN/A}$  mit einer Standardabweichung von  $s(B\ell_{stat}) = 0,012 \text{ mN/A}$ .

### 3.5.2 Dynamische Kalibrierung

Die dynamische Kalibrierung basiert auf dem Prinzip der Kibble-Waage welche die Kraft auf die Größen Strom, Spannung und Geschwindigkeit zurückführt [43, 79].

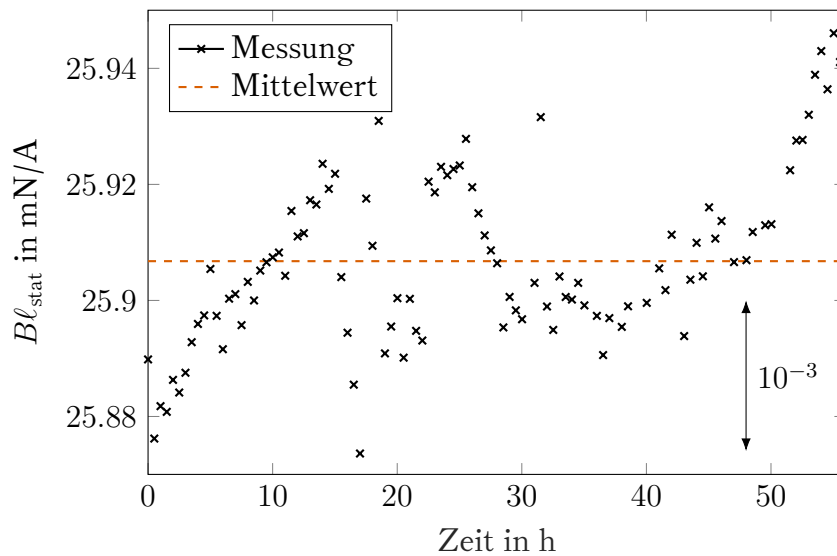


Abbildung 3.22: Langzeitmessung der effektiven Kraftkonstante durch ein statisches Verfahren

In [36] wurde dieses Prinzip bereits zur Kalibrierung einer kommerziellen EMK-Wägezelle angewendet.

Während der statischen Kraftmessung errechnet sich die erzeugte Kraft am Taster nach Gleichung 2.2. Beim Bewegen des Wägebalkens wird die Spule durch das Magnetfeld des Magneten bewegt und abhängig von der Geschwindigkeit eine Spannung induziert. Drückt man die Geschwindigkeit der Spule mit der des Tasters  $v_{\text{coil}}$  aus, ergibt sich folgende Gleichung für die induzierte Spannung.

$$U_{\text{ind}} = B\ell \cdot \frac{r_{\text{coil}}}{r_{\text{canti}}} \cdot v_{\text{canti}} \quad (3.12)$$

Die effektive Kraftkonstante der Wägezelle lässt sich daher wie folgt berechnen.

$$B\ell_{\text{dyn}} = \frac{U_{\text{ind}}}{v_{\text{canti}}}$$

In anderen Experimenten wird die Bewegung durch eine zusätzliche Spule auf dem Wägebalken erzeugt [31, 53, 79]. Für die dynamische Kalibrierung der 1WZ wird das in [36] vorgestellte Prinzip verwendet, wonach die Spannungsmessung und die Erregung des Balkens durch die selbe Spule realisiert werden. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 3.23 schematisch dargestellt. Durch die Spule wird mit einer Signalquelle vom Typ HP3245A ein sinusförmiger Wechselstrom geleitet. Der Ohmsche Widerstand der Spule und der Leitung sorgt für einen Spannungsabfall, der durch

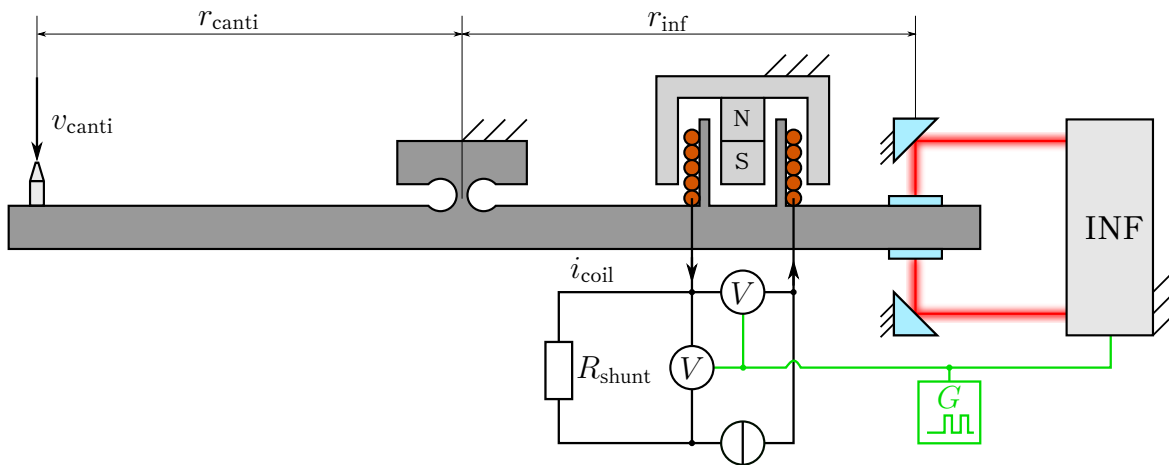


Abbildung 3.23: Versuchsaufbau für die dynamische Kalibrierung der 1WZ durch Messen der bewegungsinduzierten Spannung in der Spule während einer oszillierenden Bewegung

ein Multimeter vom Typ HP3458A gemessen wird. In Reihe dazu ist ein Shuntwiderstand geschaltet über dessen Spannungsabfall mit einem weiteren Multimeter der Strom durch die Spule ermittelt wird. Der Funktionsgenerator RIGOL DG1022Z erzeugt ein 100 Hz Triggersignal wodurch beide Multimeter und das Interferometer am Wägebalken zeitsynchron Messwerte aufnehmen.

Der Wechselstrom in der Spule erzeugt eine oszillierende Kraft die den Wägebalken in Schwingung versetzt. Dadurch wird in der Spule eine Spannung  $U_{\text{ind}}$  induziert, welche sich durch Superposition mit den anderen Spannungen addiert. Nach einer kurzen Einschwingzeit stellt sich ein stationärer Zustand ein, in dem alle Spannungen mit gleichbleibender Amplitude und Phasenlage schwingen. Da es sich um harmonische Schwingungen handelt, können die Wechselanteile der Spannungen als komplexe Zeiger in einem Vektordiagramm dargestellt werden. Die komplexe Spulenspannung  $U_{\text{ges AC}}$  setzt sich aus der induzierten Spannung  $U_{\text{ind AC}}$  sowie den Spannungsabfällen am Ohmschen Widerstand  $i_{\text{coil AC}} R_{\text{coil}}$  und der Induktivität der Spule  $i_{\text{coil}} j\omega L$  zusammen.

$$U_{\text{ges AC}} = i_{\text{coil AC}} R_{\text{coil}} + i_{\text{coil AC}} j\omega L + U_{\text{ind AC}}$$

Die Spannung am Ohmschen Widerstand besitzt die gleiche Phasenlage wie der Wechselstrom und wird als  $0^\circ$  definiert. Mit bekanntem Spulenwiderstand und dem gemessenen Strom lässt sich der Betrag dieses Zeigers bestimmen. Die Induktivität der Spule verursacht eine frequenzabhängige Spannung mit  $90^\circ$  Phasenverschiebung. Der Betrag dieses Zeigers ist durch separates Messen der Spuleninduktivität bestimmbar, was für die Kalibrierung allerdings nicht erforderlich ist. Den letzten Anteil der



Gesamtspannung stellt die bewegungsinduzierte Spannung in der Spule dar, mit der sich nach Gleichung 3.12 die effektive Kraftkonstante berechnen lässt. Da der Be-

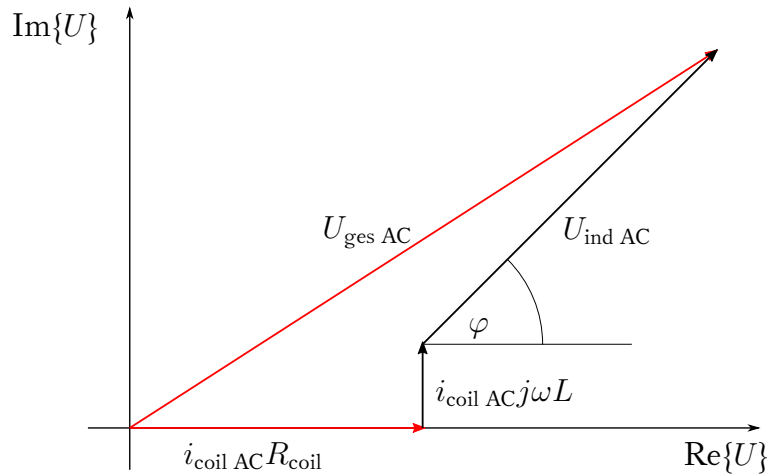


Abbildung 3.24: Wechselspannungsanteile an der Spule als komplexe Zeiger in einem Vektordiagramm. Für alle Zeiger ist die Phasenlage und für die rot eingezeichneten zusätzlich der Betrag bekannt [36].

trag dieser Spannung nicht direkt messbar ist, muss er vektoriell aus den anderen Spannungen berechnet werden. Die Spannung weist die gleiche Phasenlage wie die Spulengeschwindigkeit auf, welche durch die Interferometermessung bekannt ist. Alle Spannungsanteile addieren sich zu einer Gesamtspannung deren Amplitude und Phasenlage direkt mit einem Multimeter gemessen werden. In Abbildung 3.24 sind die Wechselanteile der Spannungen als komplexe Zeiger visualisiert. In rot sind die Spannungen dargestellt, von denen Betrag und Phase bekannt ist. Zeiger, von denen nur die Phasenlage bekannt ist, sind in schwarz dargestellt.

Der Real- und Imaginärteil der induzierten Spannung berechnet durch folgende Gleichungen.

$$\operatorname{Re}\{U_{\text{ind AC}}\} = \operatorname{Re}\{U_{\text{ges AC}}\} - i_{\text{coil AC}} R_{\text{coil}}$$

$$\operatorname{Im}\{U_{\text{ind AC}}\} = \operatorname{Re}\{U_{\text{ind AC}}\} \cdot \tan \varphi$$

Die Amplitude der Spannung entspricht der Länge des Zeigers.

$$U_{\text{ind AC}} = \sqrt{\operatorname{Re}\{U_{\text{ind AC}}\}^2 + \operatorname{Im}\{U_{\text{ind AC}}\}^2}$$

Durch eine Erregung des Wägebalkens in dessen Resonanzfrequenz  $f_{\text{res}} = 0,934 \text{ Hz}$  wird die Phasenverschiebung zwischen Geschwindigkeit und Spannung am Ohmschen Widerstand zu  $0^\circ$ . Des Weiteren hat die Vergrößerungsfunktion dort ein Maximum,

sodass das Verhältnis aus induzierter Spannung und der Spannung am Ohmschen Widerstand  $\frac{U_{\text{ind AC}}}{i_{\text{ind AC}} R_{\text{coil}}}$  maximal wird.

Die Multimeter verfügen über einen internen Speicher auf dem jeweils 5000 Messwerte gespeichert werden können. Bei einer Abtastrate von 100 Hz ergibt sich eine Messdauer von 50 s. Die Datenerfassung wird mit einer Verzögerung gestartet, um Einflüsse des Einschwingvorgangs zu vermeiden. In Abbildung 3.25 ist exemplarisch

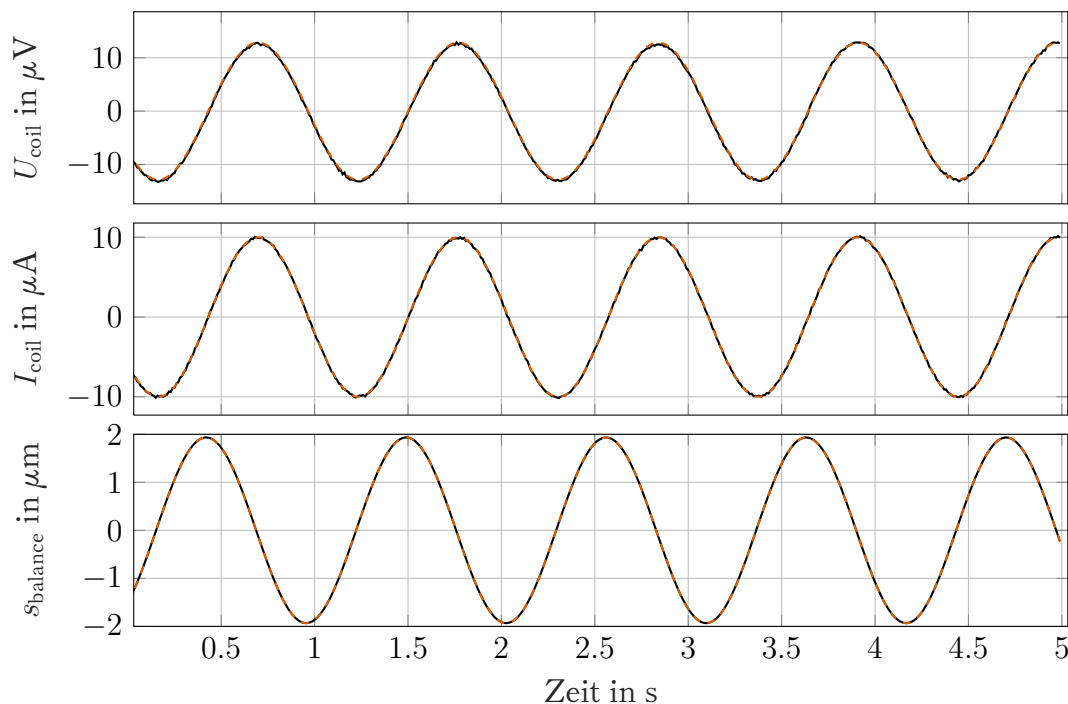


Abbildung 3.25: Rohdaten der dynamischen Kalibrierung mit bereinigtem Offset und Sinusfit (orange)

ein Ausschnitt der Rohdaten während der dynamischen Kalibrierung ohne Offset dargestellt. Für jede Messgröße wird durch die Methode der kleinsten Fehlerquadrate eine Sinusfunktion ermittelt, welche den Verlauf der Messdaten bestmöglich annähert. Aus den gefundenen Funktionen werden jeweils die Amplitude, die Phasenlage und der Offset bestimmt. Die Geschwindigkeit des Wägebalkens wird analytisch aus der Position errechnet.

$$s_{\text{canti}} = A \sin(2\pi ft + \varphi) + s_0$$

$$v_{\text{canti}} = \dot{s}_{\text{canti}} = 2\pi f A \cos(2\pi ft + \varphi)$$

Die Integrationszeit der Multimeter  $t_{\text{aper}} = 19 \text{ ms}$  beeinflusst die gemessene Amplitude  $A_{\text{mess}}$  und Phase  $\varphi_{\text{mess}}$  der Spannungssignale. Mit dem Wissen über den sinusförmigen

Verlauf, kann auf den tatsächlichen Spannungsverlauf zurückgerechnet werden [37].

$$A = A_{\text{mess}} \frac{\pi f t_{\text{aper}}}{\sin(\pi t_{\text{aper}})}$$

$$\varphi = \varphi_{\text{mess}} - \pi f t_{\text{aper}}$$

Es ergaben sich folgende Korrekturwerte für die Spannungsmessung.

$$A = A_{\text{mess}}(1 + 1,3 \cdot 10^{-4})$$

$$\varphi = \varphi_{\text{mess}} - 2,79 \cdot 10^{-2} \text{ rad}$$

Das Interferometer demoduliert die Signale mit Datenrate von 12 MHz und speichert durch das Triggersignal den letzten gemessenen Wert. Durch die kurze Integrationszeit ist der Einfluss auf die Messergebnisse vernachlässigbar.

Da sich der Widerstand der Spule durch Temperatureinflüsse ändert, wird er für jede Messung separat aus den Gleichanteilen der Messwerte berechnet.

$$R_{\text{coil}} = \frac{U_{\text{coilDC}}}{i_{\text{coilDC}}}$$

Der Spulenstrom wird aus dem Spannungsabfall über einen Shuntwiderstand berechnet.

$$i_{\text{coil}} = \frac{U_{\text{shunt}}}{R_{\text{shunt}}}$$

Der Spannungsanteil  $i_{\text{coilAC}} R_{\text{coil}}$  ist demzufolge unabhängig von Shuntwiderstand.

$$i_{\text{coil AC}} R_{\text{coil}} = \frac{U_{\text{coil DC}} \cdot U_{\text{shunt AC}}}{U_{\text{shunt DC}}}$$

Aus den Messwerten des Interferometers wurde mit dem Hebelverhältnis  $\frac{r_{\text{canti}}}{r_{\text{inf}}}$  die Geschwindigkeit des Tasters bestimmt (siehe Kapitel 4.2.1). Jede Messreihe liefert einen Wert für die effektive Kraftkonstante  $B\ell_{\text{dyn}}$ . In Abbildung 3.26 ist das Ergebnis einer Wiederholungsmessung dargestellt. Das Ergebnis der dynamischen Kalibrierung beträgt  $\overline{B\ell}_{\text{dyn}} = 26,14 \text{ mN/A}$  mit einer Standardabweichung von  $s(B\ell_{\text{dyn}}) = 0,70 \text{ mN/A}$ .

### 3.5.3 Vergleich der Kalibrierergebnisse

Das Messergebnis der dynamischen Kalibrierung weist eine deutlich größere Standardabweichung auf als das der statischen Kalibrierung. Grund dafür ist die geringe induzierte Spannung von ca.  $0,3 \mu\text{V}$  was einem Anteil von 2,3 % der Gesamtspannung

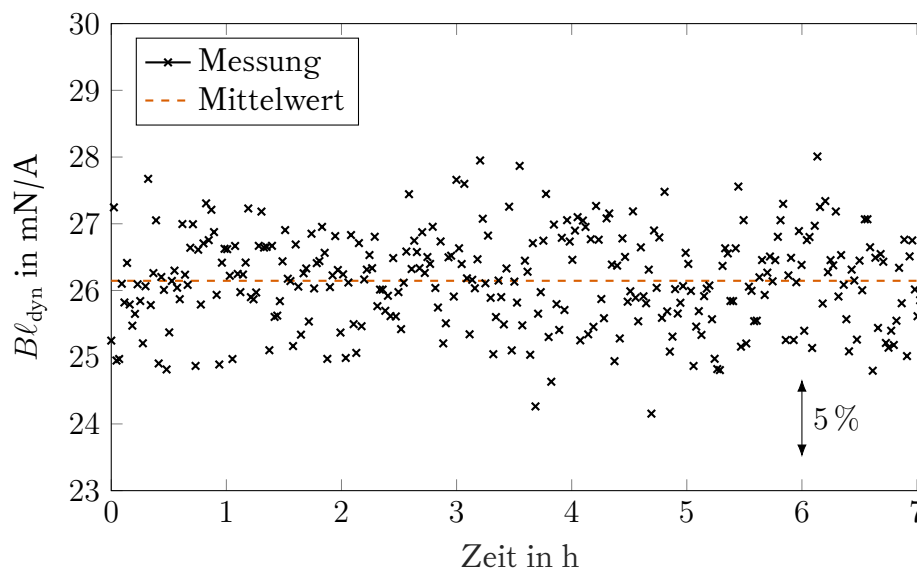


Abbildung 3.26: Wiederholungsmessung der effektiven Kraftkonstante durch ein dynamisches Verfahren

an der Spule entspricht. In [36] betrug dieser mehr als 50 % was auf die schnellere Bewegung und die größere Kraftkonstante zurückzuführen ist. Die Ergebnisse der statischen und dynamischen Kalibrierung der effektiven Kraftkonstante weisen dennoch eine gute Übereinstimmung auf. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit und beim Aufstellen des Messunsicherheitsbudgets wird aufgrund der geringeren Messunsicherheiten das Ergebnis der statischen Kalibrierung genutzt.

Trotz der großen Standardabweichung soll die dynamische Kalibrierung weiter optimiert werden und langfristig die statische Kalibrierung ersetzen. Denn die dynamische Kalibrierung kann ohne Umbau des Prüfstandes unmittelbar vor der Cantileverkalibrierung durchgeführt werden. Des Weiteren ist diese Art der Kalibrierung auch im Vakuum möglich.

## 3.6 Regelung

Die Aufgabe der Regelung ist es, den Wägebalken durch Anpassen des Spulenstroms stets in der Nulllage zu halten. Im Folgenden wird die Differenzialgleichung des Wägebalkens aufgestellt und deren Koeffizienten durch Messen der Sprungantwort identifiziert. Die Parameter des PID-Reglers werden anhand des gefundenen Modells optimiert und an der Wägezelle getestet.

### 3.6.1 Mechanisches Modell

Das hier vorgestellte Modell betrachtet den beweglichen Teil des Wägebalkens mit allen darauf befindlichen Bauteilen als Starrkörper mit dem Trägheitsmoment  $J$ . Über ein Drehgelenk ist er mit dem Gestell verbunden und besitzt einen rotatorischen Freiheitsgrad. Die Rückstellkraft des Festkörpergelenks wird durch eine lineare Torsionsfeder mit der Steifigkeit  $c_t$  modelliert. Alle auftretenden Dämpfungseffekte werden in einem rotatorischen Dämpfer mit der Dämpfungskonstante  $d$  zusammengefasst. Abbildung 3.27 zeigt das mechanische Modell des unbelasteten Wägebalkens mit allen relevanten Größen. Ausgehend vom Drehimpulssatz ergibt sich folgende Diffe-

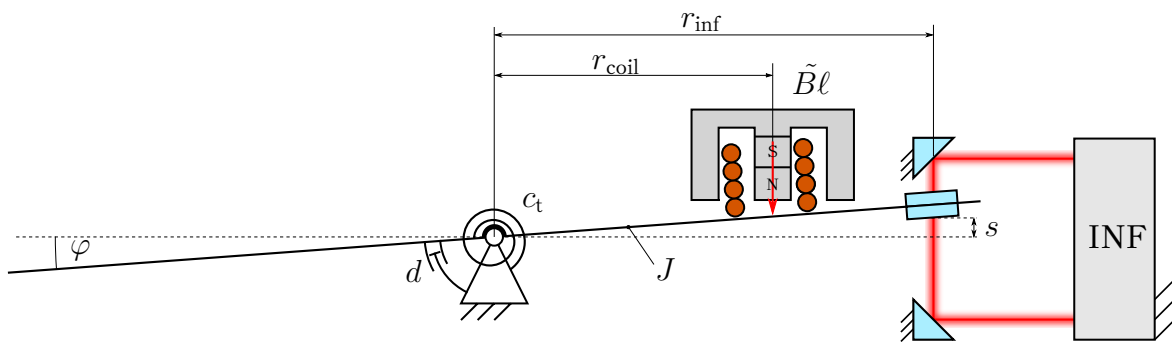


Abbildung 3.27: Starrkörpermodell des Wägebalkens im ausgelenkten Zustand

renzialgleichung mit den Anfangsbedingungen  $\varphi(0) = \varphi_0$  und  $\dot{\varphi}(0) = \omega_0$ .

$$J \cdot \ddot{\varphi} = -\varphi \cdot c_t - \dot{\varphi} \cdot d + i_{\text{coil}} \cdot \tilde{B} \ell \cdot r_{\text{coil}} \quad (3.13)$$

Die Auslenkung des Wägebalkens  $s$  wird an dessen Ende durch das Differenzinterferometer gemessen. Aufgrund des maximalen Winkels von  $\varphi_{\text{max}} = 1'$  lässt sich die Gleichung im Arbeitspunkt  $\varphi = 0^\circ$  linearisieren.

$$s = r_{\text{inf}} \cdot \sin(\varphi) \approx r_{\text{inf}} \cdot \varphi$$

Unter der Annahme verschwindender Anfangsbedingungen ergibt sich durch die Laplace-Transformation von Gleichung 3.13 das Übertragungsverhalten des Wägebalkens. Es ist als das Verhältnis aus Position  $s(p)$  und Spulenstrom  $i_{\text{coil}}(p)$  definiert.

$$\frac{s(p)}{i_{\text{coil}}(p)} = \frac{B \ell \cdot r_{\text{coil}} \cdot r_{\text{inf}}}{J \cdot p^2 + d \cdot p + c_t}$$

Das Modell des Wägebalkens entspricht dem eines PT2-Glieds aus dessen Polstellen die Eigenfrequenz ermittelt wird. Für den ungedämpften Fall ergibt sich folgende

Eigenfrequenz für die 1 WZ.

$$f_{\text{res}} = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{c_t}{J}} = 0,934 \text{ Hz}$$

### 3.6.2 Systemidentifikation

Ziel der Systemidentifikation ist es, das tatsächliche Verhalten des Wägebalkens durch ein Modell nachzubilden. Anhand der gemessenen Sprungantwort des Wägebalkens wurden die Koeffizienten des PT2-Glieds geschätzt. In Abbildung 3.28 ist die Interferometermessung im Vergleich zu den simulierten Werten normiert dargestellt. Die

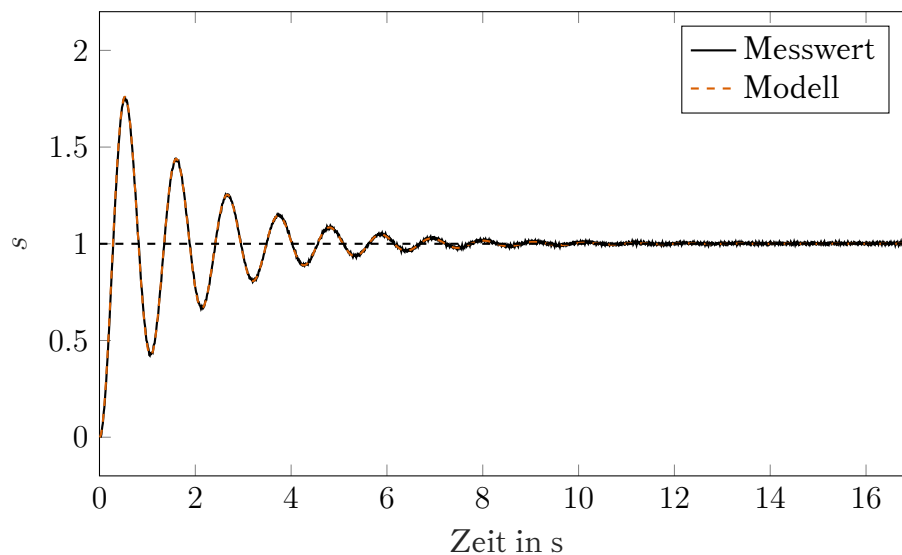


Abbildung 3.28: Simulierte und tatsächliche Sprungantwort des Wägebalkens in normierter Darstellung

gute Übereinstimmung von Messung und Simulation bestätigt die getroffenen Modellannahmen. Das gefundene Modell dient im Folgenden zum Entwurf des Reglers. Die Dämpfung des Wägebalkens wird durch drei Effekte verursacht: Luftreibung, Materialdämpfung im Festkörpergelenk und elektromagnetische Dämpfung. In [5] wurden Untersuchungen an einer kommerziellen Wägezelle durchgeführt und die elektromagnetische Dämpfung als größter Einflussfaktor identifiziert. Um dies für die 1 WZ zu überprüfen, wurde der Magnet des Tauchspulenantriebs ausgebaut und die freie Schwingung des Wägebalkens gemessen. In Abbildung 3.29 ist der ermittelte Verlauf im Vergleich zur freien Schwingung mit Magnet dargestellt. Zur besseren Vergleichbarkeit sind beide Messergebnisse normiert dargestellt. Während beider Messungen waren die Leitungen der Spule geöffnet. Der Dämpfungskoeffizient be-

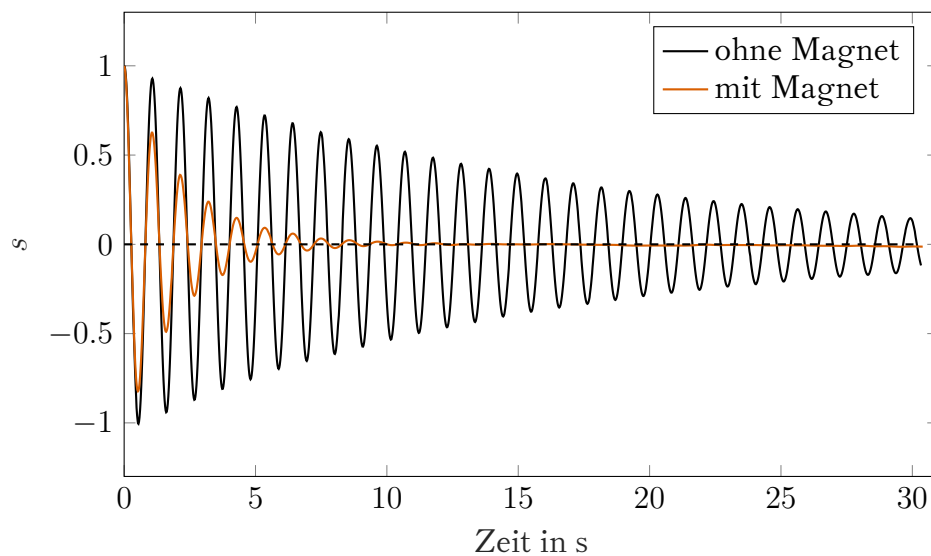


Abbildung 3.29: Freie Schwingung des Wägebalkens in Luft mit und ohne Magneten in normierter Darstellung

trägt bei der Messung mit Magnet  $7,25 \cdot 10^{-2}$  und bei der Messung ohne Magnet  $1,02 \cdot 10^{-2}$ . Ein großer Teil der Dämpfung ist also auf die elektromagnetische Dämpfung zurückzuführen. Da die Spule zum Zeitpunkt der Messung geöffnet war, ist die Dämpfung auf induzierte Wirbelströme im Wägebalken und im Spulenträger zurückzuführen.

Eine Messung mit Magnet im Vakuum ( $p = 0,5 \text{ mbar}$ ) ergab kein verändertes Dämpfungsverhalten. Der Anteil der Luftreibung an der Dämpfung ist demzufolge vernachlässigbar. Dieses Verhalten deckt sich mit den Ergebnissen aus [5].

### 3.6.3 Reglerauslegung

Die Auslegung des PID-Reglers erfolgte auf Basis des entwickelten Modells. Es wurde ein Kompromiss zwischen einer kurzen Einschwingzeit und einem robustem Verhalten gewählt. Die gefundenen Regelparameter wurden implementiert und zur Regelung der Wägezelle verwendet.

$$P = 10$$

$$I = 60$$

$$D = 3$$

In Abbildung 3.30 ist die Sprungantwort der geregelten Wägezelle im Vergleich zum Modell gezeigt. Die geringen Unterschiede zwischen Messung und Simulation

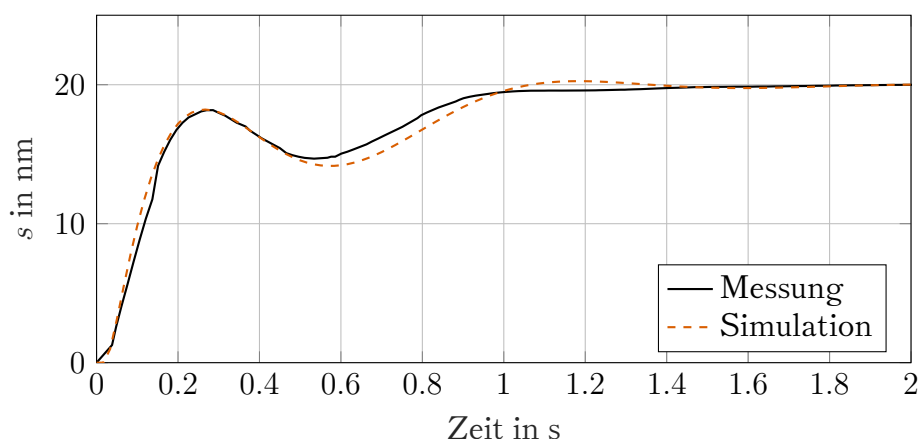


Abbildung 3.30: Gemessene und simulierte Sprungantwort der Sollposition mit identischen Regelparametern

lassen sich durch eine Schwankung der tatsächlichen Regelfrequenz und Störungen erklären.

Der Regler ist zeitdiskret in Form eines Matlab-Programms auf einem PC umgesetzt. Die Daten des Interferometers  $s$  werden via USB übertragen und anschließend der notwendige Strom  $i_{\text{coil}}$  über eine GPIB-Schnittstelle an die Signalquelle gesendet. Das Blockschaltbild des Regelkreises ist in Abbildung 3.31 zu sehen. Die Abtastrate

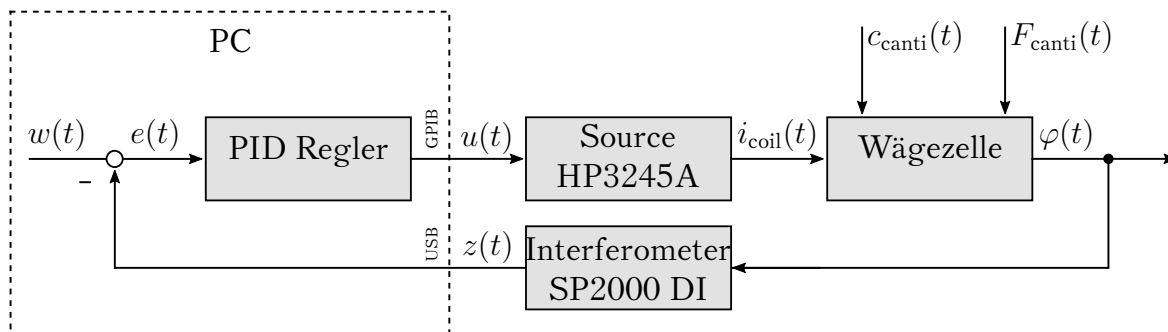


Abbildung 3.31: Regelstrecke der 1WZ-Regelung

des Reglers beträgt 60 Hz und ist damit ausreichend groß um das Schwingen des Wägebalkens in seiner Eigenfrequenz  $f_{\text{res}} = 0,934$  Hz zu unterdrücken.

Sobald es zum Kontakt zwischen Cantilever und Taster kommt, wirkt die Cantileverkraft  $F_{\text{canti}}$  als Störgröße auf die Wägezelle. Des Weiteren wirkt die Cantileversteifigkeit  $c_{\text{canti}}$  parallel zur Drehsteifigkeit des Gelenks  $c_{\text{joint}}$ , sodass sich die Steifigkeiten addieren. Die Differentialgleichung ändert sich im Kontaktfall wie folgt.

$$J \cdot \ddot{\varphi} = -\varphi \cdot (c_t + c_{\text{canti}}) - \dot{\varphi} \cdot d + i_{\text{coil}} \cdot \tilde{B} \ell \cdot r_{\text{coil}} + c_{\text{canti}} \cdot s$$



Dabei stellt  $s$  die Bewegung des Cantilevers in  $z$ -Richtung dar. Durch die geringe Steifigkeit des Drehgelenks ändert sich das dynamische Verhalten der Wägezelle bei Kontakt mit steifen Cantilevern erheblich. Eine Cantileversteifigkeit von  $c_{\text{canti}} = 45 \text{ N/m}$  [2] ändert die Eigenfrequenz der Wägezelle beispielsweise von  $f_{\text{res}} = 0,934 \text{ Hz}$  zu  $f_{\text{res}} = 6,335 \text{ Hz}$  im Kontaktfall. Die Auswirkungen auf die Regelung wurden simu-

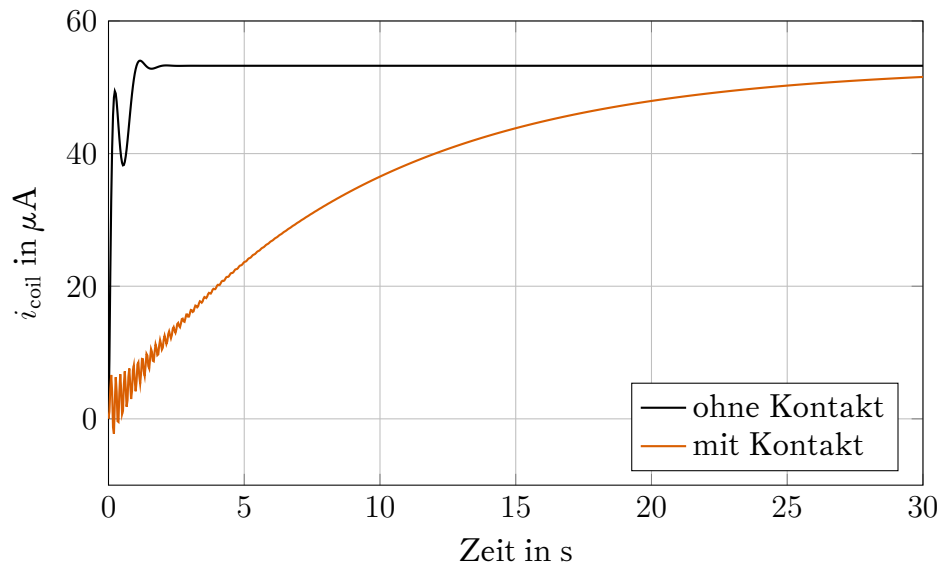


Abbildung 3.32: Simulation des Spulenstroms in der geregelten Wägezelle bei einer sprunghaften Erhöhung der Last. Beim Kontakt mit einem steifen Cantilever verlängert sich die Einschwingzeit signifikant.

liert und sind in Abbildung 3.32 dargestellt. Das Diagramm vergleicht die Sprungantworten der Wägezelle mit und ohne Kontakt zu einem steifen Cantilever. Im Fall der hohen Gesamtsteifigkeit ändert sich die Einschwingzeit von ca. 3 s auf  $>1 \text{ min}$ , sodass die Kraftmessung nicht mehr praktikabel ist. Durch Anpassen der Reglerparameter lässt sich die Einschwingzeit bei Kontakt verkürzen. Die notwendige Erhöhung des I-Anteils macht die Regelung im kontaktlosen Fall dann allerdings instabil. Demzufolge muss die Kalibrierung steifer Cantilever in ständigem Kontakt zum Taster stattfinden.

Alternativ können zwei Regler mit unterschiedlichen Parametersätzen verwendet werden, zwischen denen ruckfrei gewechselt wird. Da die Steifigkeit des Cantilevers sowie der Kontaktzeitpunkt bekannt sein müssen, ist diese Methode nicht praktikabel.

In [13] wird die Verwendung eines Beobachters beschrieben, welcher die Steifigkeit des Cantilevers permanent schätzt. Bei Kontakt mit dem Cantilever werden die Reglerparameter automatisch nachgeführt. Dieses Verfahren wurde noch nicht in die 1WZ implementiert und ist Gegenstand zukünftiger Arbeiten.



## 4 Messtechnische Untersuchungen

### 4.1 WZ2P Wägezelle

In Kapitel 3.5.1 wird die statische Kalibrierung der 1WZ durch die kommerzielle WZ2P Wägezelle beschrieben. Um die Unsicherheiten der Kalibrierung abzuschätzen, werden in den folgenden Abschnitten Messungen an der WZ2P vorgestellt.

#### 4.1.1 Kalibrierung durch Referenzgewichte

Um die Steifigkeit eines Cantilevers rückführbar zu messen, muss die 1WZ an die metrologische Kette angeschlossen und die gemessene Kraft auf das Newton zurückgeführt werden. In Kapitel 3.5.1 wird die statische Kalibrierung mit der WZ2P Wägezelle beschrieben. Der in Abbildung 3.19 dargestellte Aufbau wurde dafür in der Vakuumkammer platziert und eine Blattfeder zur Kraftübertragung an der WZ2P befestigt. Unmittelbar vor der statischen Kalibrierung der 1WZ, wurde die WZ2P durch wiederholtes Auflegen von Referenzgewichten kalibriert. Auf diese Weise werden etwaige Änderungen der Kraftkonstante durch einen erneuten Umbau vermieden. Ein E0-Drahtgewicht mit einer Masse von 20 mg diente für die Kalibrierung als Prüfgewicht [33]. Es wurde im Abstand von 2 min überschallig auf die Wägezelle gelegt und wieder entnommen. Abbildung 4.1 zeigt den resultierenden Verlauf des Kompensationsstroms, wobei aus den orange markierten Werten jeweils der Mittelwert gebildet wurde. Die Änderung des Kompensationsstromes durch Be- und Entlasten wurden für jeden Lastzyklus gemittelt um Drifteinflüsse zu kompensieren. Aus diesen Werten lässt sich die effektive Kraftkonstante der Wägezelle durch folgenden Zusammenhang ermitteln.

$$B\ell_{\text{WZ2P}} = \frac{m \cdot g}{i} \quad (4.1)$$

Die Gravitationsbeschleunigung wurde am Aufstellort durch das Bundesamt für Kartographie und Geodäsie bestimmt  $g = 9,810\,157\,72 \text{ m/s}^2$ . Einflüsse der Mondposition sorgen für eine maximale Abweichung von  $\text{ca. } 300 \cdot 10^{-9} \cdot g$  [78] und wurden für die Kalibrierung vernachlässigt.

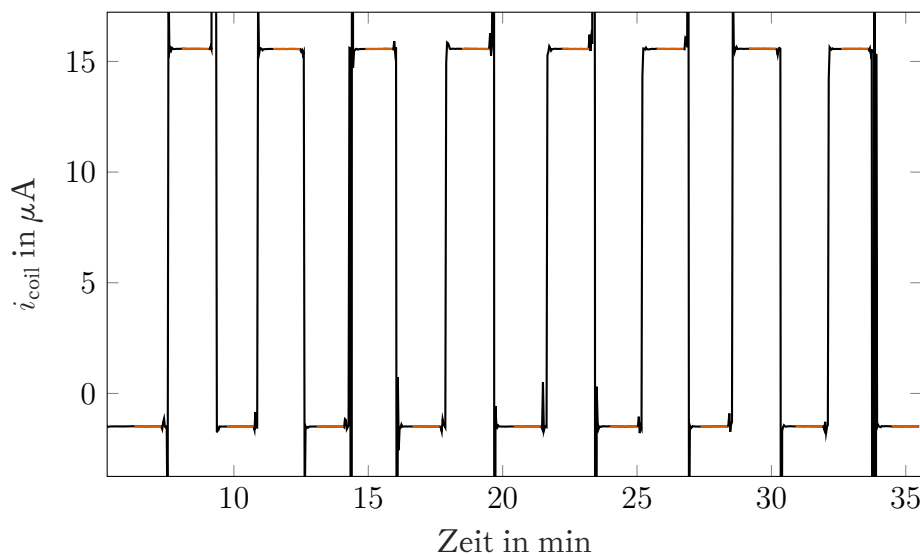


Abbildung 4.1: Spulenstrom der während der Kalibrierung mit Prüfgewichten mit eingezeichneter Integrationszeit (orange)

Zu der Masse des Prüfgewichts kommt die Auftriebskraft der Luft hinzu [65].

$$m_{\text{corr}} = m \cdot \left(1 - \frac{\varrho_{\text{Luft}}}{\varrho_{\text{Stahl}}}\right)$$

Während der Kalibrierung wurden die Parameter: Feuchte, Temperatur und der Druck der Luft aufgezeichnet und daraus die Dichte der Luft berechnet. In Abbildung 4.2 ist die ermittelte Kraftkonstante für jeden Lastzyklus samt Mittelwert dargestellt. Die Kalibrierung der WZ2P Wägezelle ergab eine effektive Kraftkonstante von  $\overline{B\ell}_{\text{WZ2P}} = 11,502\,13\text{ N/A}$  mit einer Standardabweichung von  $s(B\ell_{\text{WZ2P}}) = 1,3\text{ mN/A}$

### 4.1.2 Linearität

In Kapitel 3.5.1 wird die Kennlinie der WZ2P im kontaktlosen Bereich durch eine lineare Regressionsgerade angenähert und in den Kontaktbereich extrapoliert. Diese Vorgehensweise setzt voraus, dass die Spannung am Lagesensor und die benötigte Kraft linear zueinander verlaufen. Um diesem Zusammenhang zu prüfen, wurde die Sollposition der WZ2P stufenweise geändert und der dafür notwendige Spulenstrom gemessen. In diese Messung fließen die mechanische Linearität der Wägezelle, das Übertragungsverhalten des Lagesensors und die ortsabhängige Kraftkonstante  $B\ell_{\text{WZ2P}}(s)$  ein. Abbildung 4.3 zeigt den Zusammenhang zwischen dem Spulenstrom der WZ2P  $i_{\text{WZ2P}}$  und der Spannung am Lagesensor  $U_{\text{PD}}$  sowie die Linearitätsabweichungen. Diese Messung wurde 10 mal wiederholt und zeigte dabei eine gute Wie-

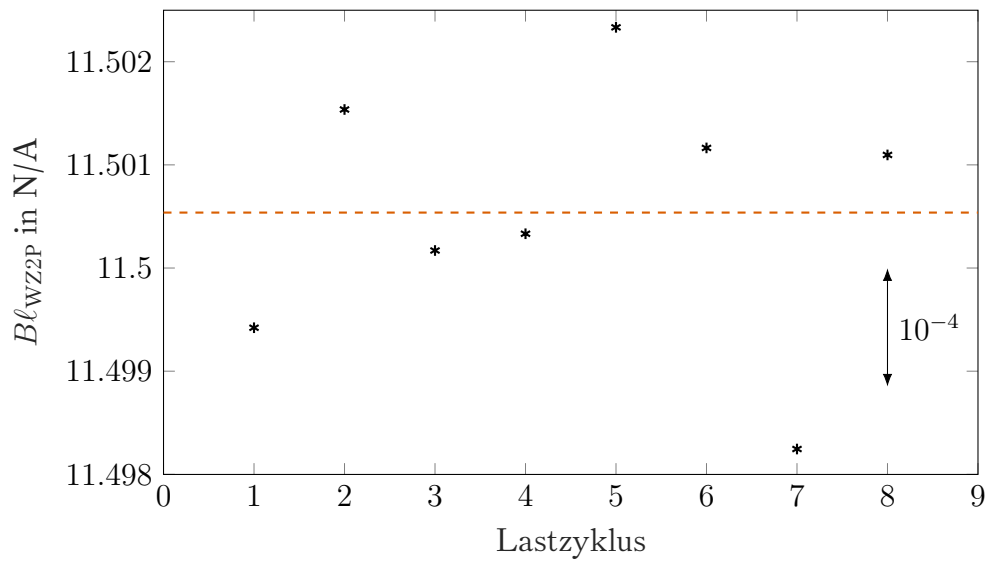


Abbildung 4.2: effektive Kraftkonstante der WZ2P (auftriebskorrigiert) über 8 Lastzyklen

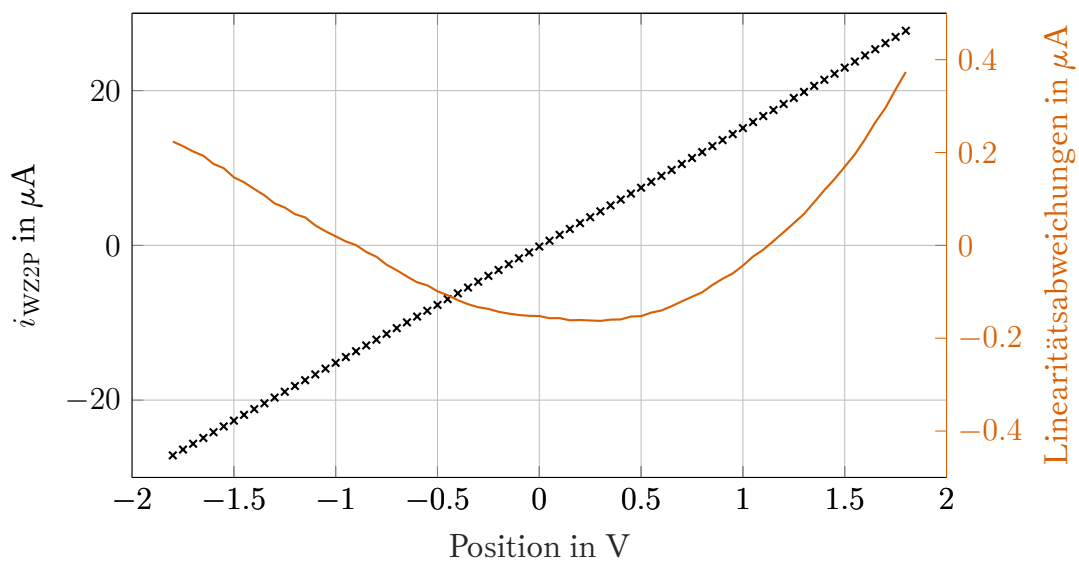


Abbildung 4.3: Kraft-Weg-Kennlinie der WZ2P

derholbarkeit. Die Residuen verlaufen weitestgehend symmetrisch um den Nullpunkt und weisen eine niedrige Ortsfrequenz auf. Daher sind die Abweichungen beim Linearisieren in kleinen Arbeitsbereichen sehr gering. Die Spannung des Lagesensors betrug während der statischen Kalibrierung der 1WZ zwischen 0 mV und 200 mV. In diesem Bereich betragen die Linearitätsabweichungen maximal 1,3 nA was einer Kraft von 15 nN und somit einer relativen Abweichung von  $2,7 \cdot 10^{-4}$  entspricht.

## 4.2 1WZ Wägezelle

### 4.2.1 Hebelverhältnis

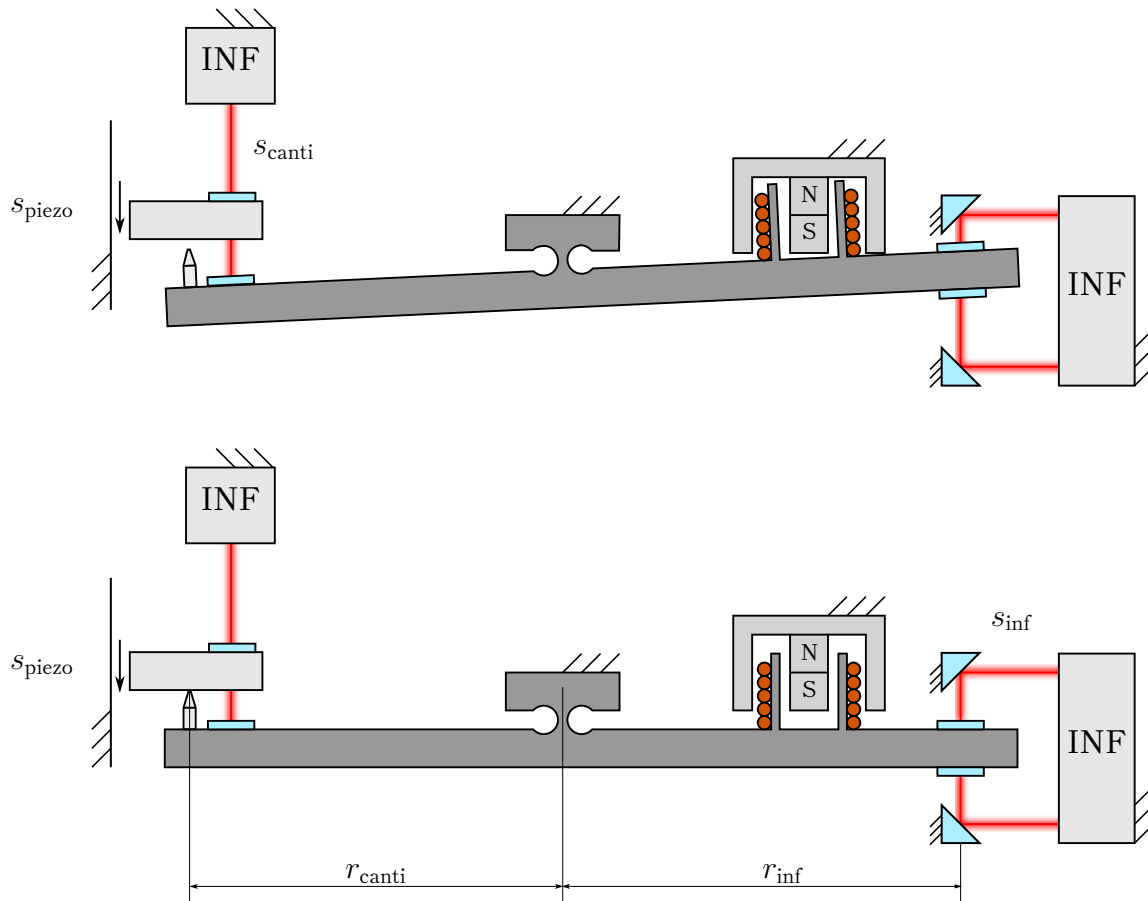


Abbildung 4.4: Bestimmung des Hebelverhältnisses durch Kalibrierung der Piezobewegung (oben) und anschließendem Antasten des Tasters (unten)

Bei der dynamischen Kalibrierung wird die Geschwindigkeit des Tasters sowie die induzierte Spannung in der Spule gemessen und daraus die effektive Kraftkonstante bestimmt (siehe Kapitel 3.5.2). Die Geschwindigkeit des Tasters wird aus der Ableitung der Interferometermessung sowie dem Hebelverhältnis bestimmt.

$$v_{\text{cant}} = \frac{r_{\text{cant}}}{r_{\text{inf}}} \cdot \dot{s}_{\text{inf}}$$

Das Verhältnis der Hebelarme  $\frac{r_{\text{cant}}}{r_{\text{inf}}}$  weist eine große Unsicherheit auf und wurde daher in einer separaten Messung kalibriert. In Abbildung 4.4 ist die Vorgehensweise dieser Kalibrierung dargestellt. Zu Beginn wird die Bewegung des Piezos durch das Interferometer zum Messen der Cantileverposition kalibriert (Abbildung 4.4 oben).

Bei der Bewegung des Piezos handelt es sich um eine reine Translation, sodass dessen Position an jeder Stelle mit dem Interferometer gemessen werden kann. In Abbildung 4.4 ist der Interferometerstrahl daher bewusst mit einem Versatz zum Taster dargestellt. Der Wägebalken befindet sich dabei im Anschlag und ist nicht in Kontakt mit dem Piezo. Da der Piezoaktor über einen kapazitiven Positionssensor verfügt, ist das Verhältnis  $\frac{s_{\text{piezo}}}{s_{\text{canti}}}$  nahezu 1.

Anschließend wird der Wägebalken wieder in die Nullposition bewegt und von dort mit dem Piezo auf den Taster gedrückt (Abbildung 4.4 unten). Die Verbindung zwischen Taster und Piezo sollte dabei möglichst steif sein, sodass beide die gleiche Bewegung ausführen. Aus der zuvor kalibrierten Piezobewegung und der Interferometermessung des Wägebalkens lässt sich das Hebelverhältnis bestimmen. Die Messung ergab bei der 1WZ ein Hebelverhältnis von  $\frac{r_{\text{canti}}}{r_{\text{inf}}} = 0,47374$ . In diesem Faktor ist die doppelte Empfindlichkeit des Differenzinterferometers enthalten.

### 4.2.2 Temperaturkoeffizient

Um den Einfluss der Temperatur auf die Kraftmessung zu untersuchen, wurde die Wägezelle in einer Wiederholungsmessung mit einem Massestück belastet. Da die 1WZ keine Waagschale besitzt, wurde ein Drahtgewicht aus Aluminium angefertigt welches auf den Taster gesteckt werden kann. Auf dem kegelförmigen Taster zentriert sich der Draht durch seine runde Form selbstständig. Die genaue Masse des Gewichts (ca. 3,3 mg) ist für die Messung nicht relevant, da nur temperaturabhängige Änderungen gemessen werden. Das Be- und Entlasten des Tasters erfolgte automatisiert mit der  $z$ -Führung an der ein Draht befestigt wurde. Um das Pendeln des Gewichts zu minimieren, wurde die Führung mit einer geringen Geschwindigkeit von  $v_z = 50 \mu\text{m/s}$  verfahren. In Abbildung 4.5 ist gezeigt, wie das Gewicht mit einem an der Führung befestigten Draht angehoben und abgesenkt wurde.

Auf der Oberfläche des Drahts befindet sich eine Oxidschicht an der Wasser aus der Luft adsorbiert [47]. In Relation zur Masse ist die Oberfläche des Drahts sehr groß, sodass die zusätzliche Masse des Wassers einen signifikanten Einfluss auf die Messung hat. Aus diesem Grund wurde die Messung im Vakuum durchgeführt ( $p = 0,5 \text{ mbar}$ ). Dadurch verschwinden außerdem die Einflüsse des Luftauftriebs sowie der Brechzahländerung der Luft.

Die Messung erfolgte automatisiert über einen Zeitraum von 55 h mit einer Dauer von 10 min pro Lastzyklus. Aus den Änderungen des Kompensationsstroms beim Be- und Entlasten wurde jeweils der Mittelwert gebildet, sodass die Drift der Null-

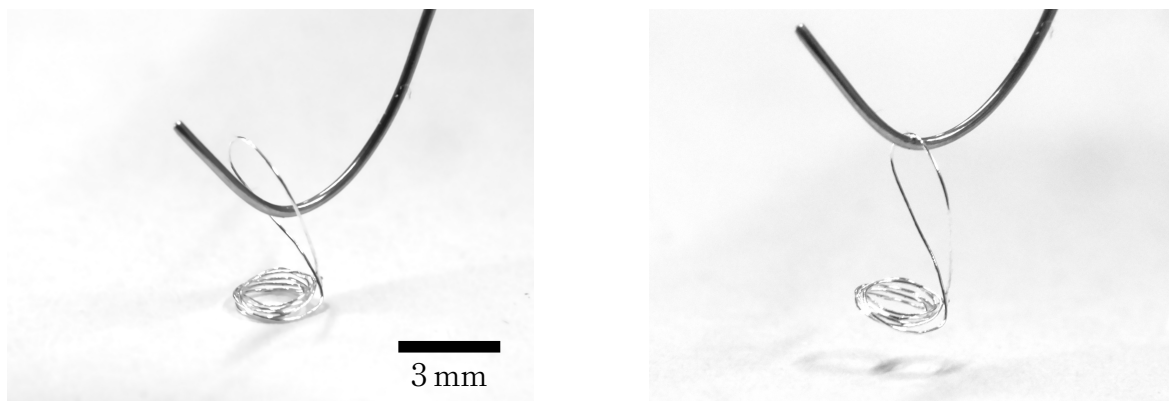


Abbildung 4.5: Drahtgewicht aus Aluminium zur Bestimmung des Temperaturkoeffizienten der 1WZ. Links wirkt die Gewichtskraft vollständig auf den Untergrund und rechts hängt das Gewicht an der Führung.

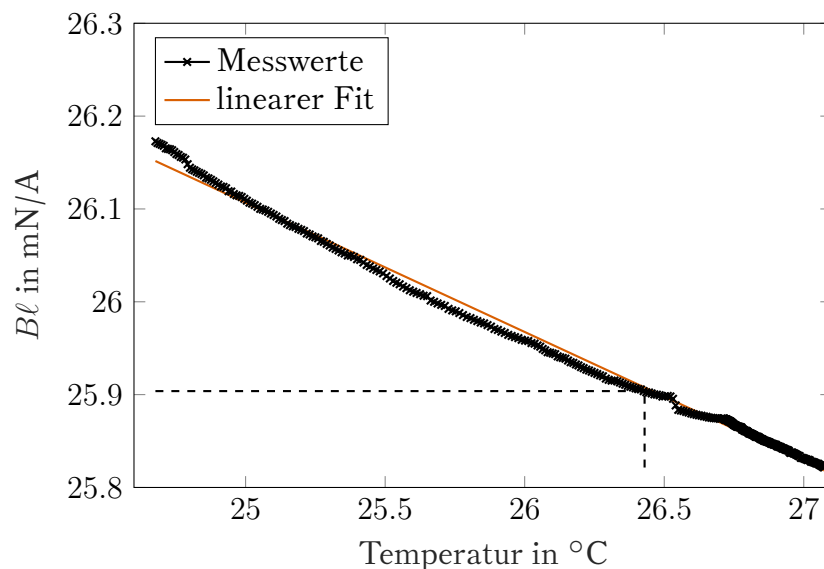


Abbildung 4.6: Einfluss der Temperatur auf die effektive Kraftkonstante im Vakuum

lage keinen Einfluss auf das Ergebnis hat. Die gemessene Gewichtskraft zeigte eine Temperaturabhängigkeit, welche auf das verwendete Material des Dauermagneten, Neodym-Eisen-Bor, zurückzuführen ist. Es weist eine geringe Curietemperatur von ca.  $310\text{ }^{\circ}\text{C}$  auf, was zu einem vergleichsweise großen Temperaturkoeffizienten der Remanenz führt [79]. Andere Wägesysteme verwenden daher trotz geringerer Energiedichte Samarium-Cobalt mit einer Curietemperatur von ca.  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$  [4, 32, 79].

Unter der Annahme, dass sich die Gravitationsbeschleunigung und der Kraftangriffspunkt der Messung nicht ändern, lässt sich aus der Langzeitmessung der Temperaturgang der effektiven Kraftkonstante  $B\ell(T)$  bestimmen. Da die genaue Masse



des Drahtgewichtes nicht bekannt ist, ergeben sich aus der Messung nur relative Änderungen der effektiven Kraftkonstante. Als Referenz dienen die Ergebnisse der statischen Kalibrierung (siehe Kapitel 3.5.1) mit den Werten:  $B\ell_0 = 25,904 \text{ mN/A}$  und  $T_0 = 26,43 \text{ °C}$ . Durch lineare Regression wurde der Temperaturkoeffizient  $\alpha_{\text{BI}} = -5,372 \cdot 10^{-3} / \text{K}$  ermittelt mit dem sich durch folgende Gleichung die effektive Kraftkonstante berechnet.

$$B\ell(T) = B\ell_0(1 + \alpha_{\text{BI}}(T - T_0))$$

Die Remanenz des verwendeten Magnetmaterials NdFeB hat einen Temperaturkoeffizienten von  $-1,2 \cdot 10^{-3} / \text{K}$  bis  $-1,0 \cdot 10^{-3} / \text{K}$  [52]. Der ermittelte Temperaturgang der Wägezelle ist demzufolge nicht vollständig auf das Magnetmaterial zurückzuführen.

### 4.2.3 Steifigkeit

Die Steifigkeit der ungeregelten Wägezelle hängt von der Geometrie des Festkörpergelenks ab. Bezogen auf die Bewegung des Tasters beträgt die theoretische Steifigkeit der Wägezelle  $c_{\text{joint}} = 1,00 \text{ N/m}$  (siehe Kapitel 3.3.1). Durch den großen Einfluss der Gelenkdicke, haben selbst kleine Abweichungen vom Nennmaß eine Änderung der Steifigkeit zur Folge. Um die tatsächliche Gelenkdicke zu bestimmen, wurde die Sollposition der 1WZ Wägezelle in Stufen gesteuert und die dafür notwendige Kraft gemessen. In Kapitel 4.1.2 wurde die gleiche Messung an der WZ2P Wägezelle durchgeführt. Abbildung 4.7 zeigt die Kraft-Weg-Kennlinie der Waage sowie die Differenz zum linearen Fit. Die Steifigkeit der Wägezelle beträgt  $c_{\text{joint}} = 0,8026 \text{ N/m}$ . Aus Gleichung 3.1 ergibt sich eine tatsächliche Gelenkdicke von  $t = 45,8 \mu\text{m}$ . Die relativen Linearitätsabweichungen betragen maximal  $1 \cdot 10^{-3}$  und weisen eine deutliche Hysterese auf. Dieser Wert liegt in der Größenordnung des relativen Kriechens und ist möglicherweise darauf zurückzuführen.

### 4.2.4 Kriechen

Während der Kraftmessung wird die Wägezelle nur geringfügig verformt und somit ausschließlich im elastischen Bereich betrieben. Dennoch kommt es neben der spontanen Verformung auch zu elastischen Nachwirkungen, welche zeitabhängig einem exponentiellen Verlauf folgen [51]. In der Wägetechnik werden die elastischen Nachwirkungen auch als Kriechen bezeichnet und stellen einen unerwünschten Effekt dar [49]. Das Kriechen ist abhängig vom verwendeten Material und wird mit einem lastunabhängigen Kennwert angegeben, der sich aus dem Verhältnis von elastischen

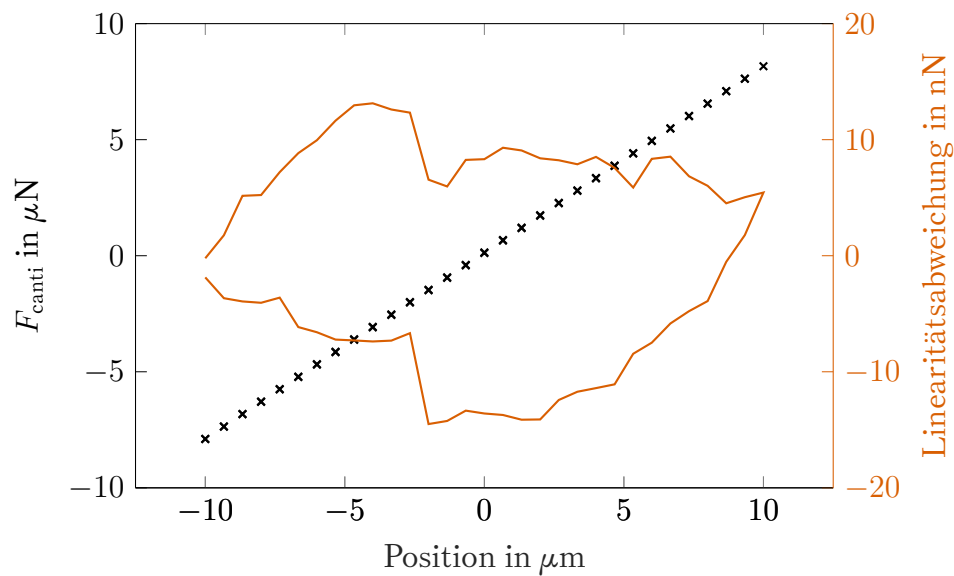


Abbildung 4.7: Steifigkeit der Wägezelle bezogen auf die Bewegung des Tasters und Linearitätsabweichungen

Nachwirkungen und spontaner Verformung ermittelt [23].

Bei der 1WZ wurde das Kriechen durch stufenförmige Änderungen der Sollposition ermittelt. Über die Steifigkeit der Wägezelle lassen sich die elastischen Nachwirkungen bei geregelter Position in eine zeitabhängige Kraft umrechnen. In Abbildung 4.8

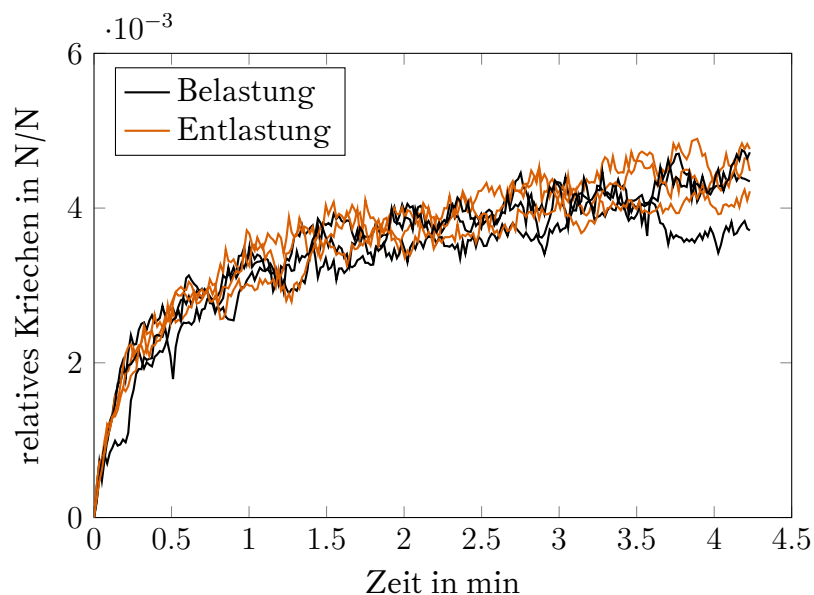


Abbildung 4.8: Relatives Kriechen der 1WZ für mehrere Lastwechsel in verschiedene Richtungen

ist das relative Kriechen der Wägezelle für mehrere Be- und Entlastungsvorgänge

dargestellt. Jede Kurve wurde in der gleichen Position aufgezeichnet wobei der Wägebalken zuvor für 5 min in einer positiven bzw. negativen Sollposition verharrte. Die Messungen starten jeweils 3 s nach dem Lastwechsel und sind zur besseren Vergleichbarkeit als Beträge dargestellt.

Um den Einfluss des Kriechens auf die Kraftmessung zu verringern gibt es verschiedene Strategien. Durch eine Wartezeit nach jeder Auslenkung des Wägebalkens verringern sich die elastischen Nachwirkungen. Allerdings verlängert sich dadurch die Kalibrierdauer und somit der Einfluss der Drift. Alternativ kann durch eine schnelle Regelung und eine langsame Belastung der Wägezelle die Auslenkung auf ein Minimum reduziert werden.

In [49] wurde das Kriechverhalten von Verformungskörpern aus Aluminium untersucht. Die dort erreichten Werte für das relative Kriechen waren um bis zu Faktor 10 geringer als bei der 1WZ. Mögliche Ursachen für diese Unterschiede sind die verwendete Aluminiumlegierung sowie die Wärmebehandlung des Halbzeugs. Des Weiteren kommt es durch die Fertigung mit Drahterosion zu einem zusätzlichen Wärmeeintrag welcher Auswirkungen auf das Kriechverhalten hat.

#### 4.2.5 Rauschen

Im geregelten Betrieb weist das Positionssignal des Interferometers ein Rauschen auf wodurch sich die effektive Kraftauflösung der Wägezelle verringert. Um sicherzustellen, dass es sich um eine tatsächliche Bewegung des Wägebalkens handelt, wurde dessen Position im frei schwingenden Zustand und im Anschlag gemessen. Die Messungen erfolgten ungeregelt mit einer Abtastrate von 10 416,67 Hz und sind in Abbildung 4.9 dargestellt. Der geräteinterne Speicher besitzt eine Kapazität von  $2^{14} = 16384$  Werten und erlaubt das Aufzeichnen für 3,1 s. Die deutlich geringere Amplitude des Signals mit angelegtem Wägebalken zeigt, dass es sich bei dem Rauschen um eine tatsächliche Bewegung handelt. Eine mögliche Ursache dafür ist das Schwingen des Wägebalkens in seinen Eigenmoden. Aus diesem Grund wurde mit der Software ANSYS ein FE-Modell des Wägebalkens erstellt und eine Modalanalyse durchgeführt. Die Dicke des Festkörpergelenks wurde im Modell auf  $45,8 \mu\text{m}$  angepasst (siehe Kapitel 4.2.3). In Abbildung 4.10 ist in Falschfarben die Verschiebung des Wägebalkens beim Schwingen in den ersten 4 Eigenmoden dargestellt. Die ersten drei Schwingungsmoden sind auf die Verformung des Festkörpergelenks zurückzuführen. Bei Mode 1 führt der Wägebalken die Rotationsbewegung um die Drehachse des Festkörpergelenks aus. Die Schwingungsmoden 2 und 3 entsprechen einer Verschie-

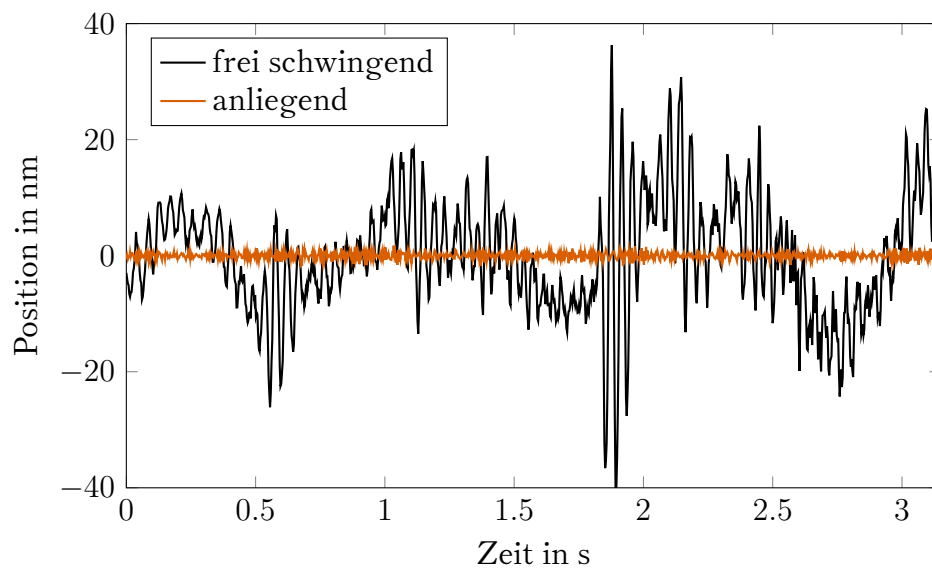


Abbildung 4.9: Position des Wägebalkens im ungeregelten Betrieb mit angelegtem und frei schwingendem Wägebalken

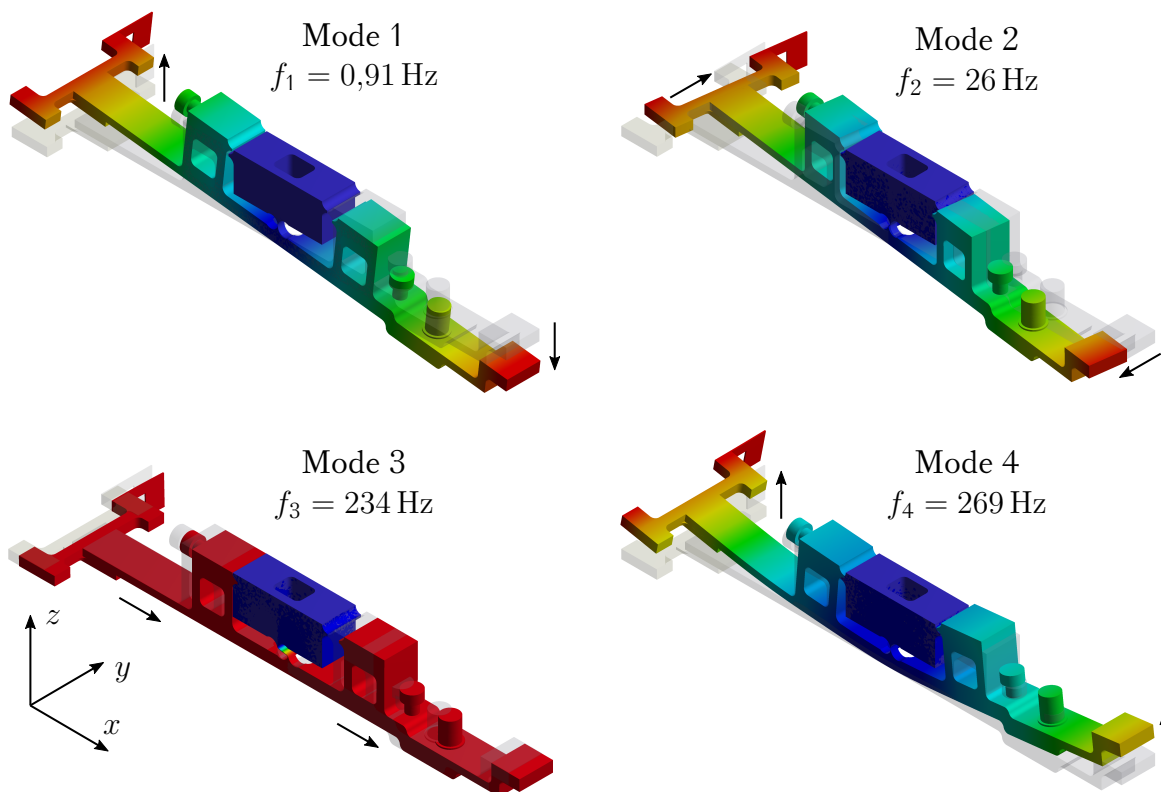


Abbildung 4.10: Eigenmoden des frei schwingenden Wägebalkens. Die Verformung ist stark vergrößert dargestellt und die Farbe repräsentiert die Gesamtverschiebung

bung bzw. Rotation in der  $xy$ -Ebene wodurch die  $z$ -Verschiebung zu Null wird. Mode 4 entspricht einer Verbiegung des Wägebalkens bei der sich beide Enden gleichzeitig in  $z$ -Richtung bewegen. Die ermittelten Eigenfrequenzen der Modalanalyse sind in Abbildung 4.11 gemeinsam mit der FFT der gemessenen Positionssignale dargestellt. Bei den Störungen im Positionssignal des frei schwingenden Balkens handelt es sich

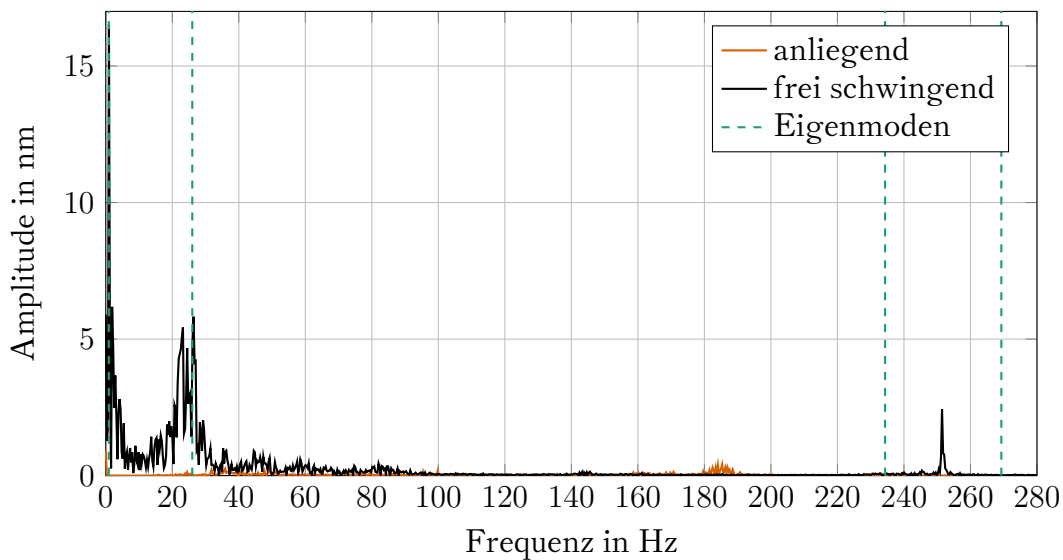


Abbildung 4.11: FFT des Positionssignals im ungeregelten Betrieb mit angelegtem und frei schwingendem Wägebalken sowie die Frequenzen der Modalanalyse

hauptsächlich um die Überlagerung von 3 Schwingungen. Die erste entspricht erwartungsgemäß der vorgesehenen Rotationsbewegung um das Festkörpergelenk des Wägebalkens. Durch die kurze Messdauer ist das Signal im niederfrequenten Bereich grob aufgelöst. Im Kapitel 3.6.2 wurde die Eigenfrequenz durch längeres Abtasten bereits auf  $f_1 = 0,934$  Hz bestimmt und zeigt eine gute Übereinstimmung zur Simulation. Der zweite Peak in der FFT hat eine Frequenz von  $f_2 = 25$  Hz und liegt somit nahe an der zweiten Schwingungsmode.

Beim Schwingen in Eigenmode 2 bewegen sich die Interferometerspiegel in der Ebene ihrer Oberfläche. Dadurch haben diese Schwingungsmoden theoretisch keinen Einfluss auf das gemessene Interferometersignal. Die Messungen zeigen allerdings eine Änderung des Messwerts mit dieser Frequenz. Es ist daher anzunehmen, dass die tatsächliche Bewegung in Schwingungsmode 2 nicht exakt mit dem Simulationsergebnis übereinstimmt. Die dritte Schwingung im Messsignal schwingt mit  $f_3 = 251$  Hz und wird möglicherweise durch die Schwingungsmode 3 oder 4 verursacht.

Im Regelbetrieb wirkt die Integrationszeit des Interferometers von  $t_{\text{aper}} = 15$  ms als Tiefpassfilter. Die ohnehin geringe Amplitude der dritten Schwingung  $f_3$  wird daher

gefiltert und hat keinen Einfluss auf die Kraftmessung. Das Schwingen in Eigenmode 1 wird durch den Regler vollständig unterdrückt und hat ebenfalls keinen Einfluss auf die Kraftmessung. Problematisch ist hingegen die Schwingung der zweiten Schwingungsmode  $f_2$ . Denn obwohl das Verhältnis zwischen Abtastrate und Eigenfrequenz mit  $\frac{f_{\text{Regler}}}{f_2} = 2,4$  das Nyquist-Shannon-Abtasttheorem erfüllt, wird die Schwingung durch den Regler nicht vollständig gedämpft [83].

### 4.3 Orientierung des Cantilevers

Bei der Kalibrierung eines Cantilevers verursacht dessen Orientierung zum Taster einen erheblichen Beitrag zur Messunsicherheit [20, 44]. In Abbildung 4.12 sind zwei

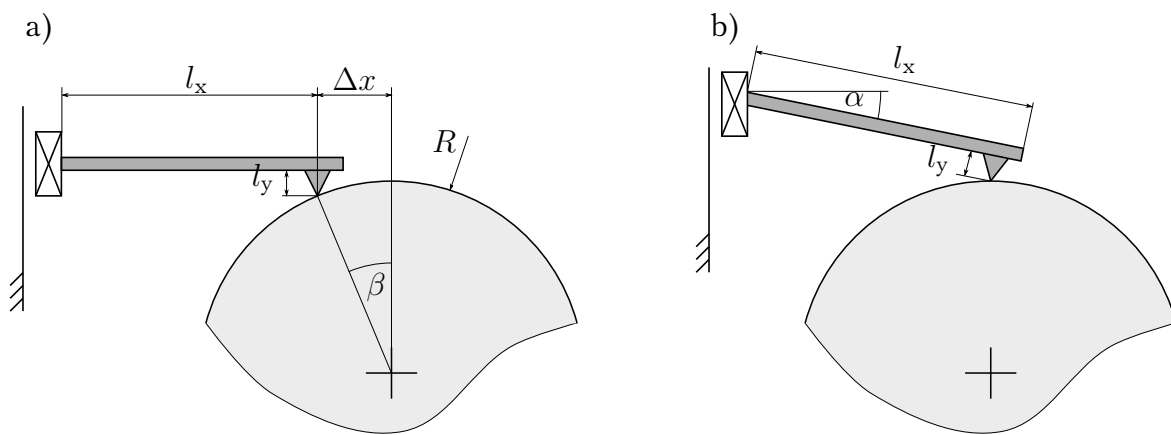


Abbildung 4.12: Untersuchte Fehlpositionierung des Cantilevers: (a) Versatz um  $\Delta x$  auf rundem Taster und (b) Neigung um Winkel  $\alpha$

mögliche Ausrichtungen des Cantilevers dargestellt, in denen dieser die Oberfläche nicht senkrecht antastet. Die Ausrichtungen sind teilweise prinzipbedingt notwendig oder trotz sorgfältiger Handhabung nicht vollständig vermeidbar. Daher wird deren Einfluss auf die gemessene Cantileversteifigkeit im Rahmen dieser Arbeit untersucht.

#### 4.3.1 Neigung

Die Neigung des Cantilevers ist für die Verwendung in AFMs erforderlich um Kollisionen mit der Probe zu vermeiden bzw. um Proben mit hohen Aspektverhältnissen zu vermessen [91]. Der Winkel  $\alpha$  beträgt üblicherweise zwischen  $5^\circ$  und  $15^\circ$  [96].

In verschiedenen Veröffentlichungen wurden analytische Modelle aufgestellt um die Steifigkeit in Abhängigkeit vom Neigungswinkel zu berechnen. Der Cantilever wird in allen Modellen als einseitig eingespannter, linearer Biegebalken mit losem Ende

betrachtet. In [40] werden die Kraft des Tasters und die Verschiebung der Cantileverspitze durch Vektoren ausgedrückt. Durch den Neigungswinkel  $\alpha$  ändert sich deren projizierte Länge nach folgender Gleichung.

$$\frac{c_\alpha}{c_0} = \frac{1}{\cos^2 \alpha} \quad (4.2)$$

In [44] wird zusätzlich eine Kraft durch Coulombsche Reibung modelliert wobei der Reibkoeffizient  $\mu$  geschätzt wird.

$$\frac{c_\alpha}{c_0} = \frac{1}{\cos \alpha (\cos \alpha - \mu \cdot \sin \alpha)}$$

In [34] wird die kürzere effektive Länge des Cantilevers mit dem Verhältnis von Spitzenhöhe  $l_y$  zu Cantileverlänge  $l_x$  berücksichtigt.

$$\frac{c_\alpha}{c_0} = \frac{1}{\cos^2 \alpha (1 - 2 \cdot \tan \alpha \cdot \frac{l_y}{l_x})}$$

Zum Prüfen dieser Modelle wurde die Steifigkeit eines Cantilever in verschiedenen Neigungswinkeln ermittelt. Dazu diente der in [19] vorgestellte Prüfstand sowie eine Kipphalterung zur stufenlosen Neigung des Cantilevers. In jeder Lage wurde eine Wiederholungsmessung mit  $n > 100$  durchgeführt und der Neigungswinkel durch Kantendetektion im Kamerabild bestimmt. Die Bewegungsrichtung des Cantilevers wurde aus Kamerabildern in verschiedenen  $z$ -Positionen ermittelt und dient als Winkelreferenz. In Abbildung 4.13 ist die ermittelte Spitzenposition sowie der gefundene Neigungswinkel eingezeichnet. Für den Fall, dass beide Achsen senkrecht zueinander stehen, wird der Neigungswinkel  $\alpha = 0^\circ$ . Der Einfluss des Neigungswinkels wurde für zwei Cantilever vermessen und die Ergebnisse in Abbildung 4.14 dargestellt. Für beide Cantilever wurden zudem die Verläufe nach den eingangs erwähnten Modellen simuliert. Die Abmaße der Cantilever wurden den Datenblättern entnommen und der Reibkoeffizient nach Empfehlung in [44] mit  $\mu = 0.1$  abgeschätzt.

Der Verlauf aller Modelle wird vom  $1/\cos^2 \alpha$ -Term dominiert wodurch sie sich untereinander ähneln. Durch geeignete Werte von Spitzenhöhe und Reibkoeffizient konnten die Modelle nach Heim und Kim in sehr gute Übereinstimmung mit den tatsächlichen Messwerten gebracht werden. Allerdings unterscheiden sich die gefundenen Parameter für beide Cantilever stark und sind nicht plausibel (z.B.  $\mu < 0$ ). Zudem ist anzunehmen, dass eine Reibkraft beim Entlasten ihre Richtung wechselt und somit zu einer Hysterese führt, was in den Messungen nicht bestätigt werden konnte.

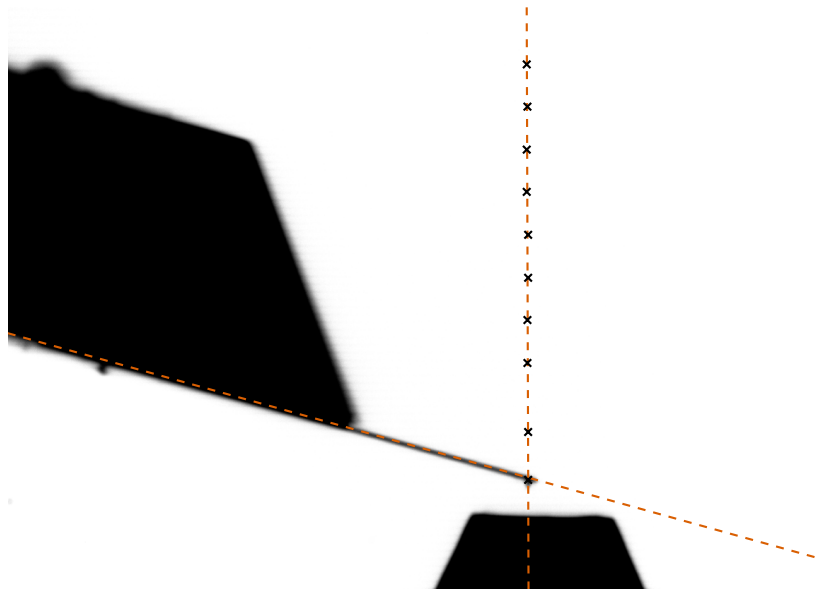


Abbildung 4.13: Die Bewegungsrichtung des Cantilevers wurde durch Bilderkennung (Template matching [9]) aus 10 Bildern ermittelt. Mittels Kantendetektion (Canny-Algorithmus [11]) wird der Neigungswinkel des Cantilevers bestimmt.

Die Modelle eignen sich zum Abschätzen der Messunsicherheit, nicht aber um den Einfluss großer Neigungen vorherzusagen.

### 4.3.2 Antastwinkel

In diesem Abschnitt wird der Einfluss einer schrägen Tasteroberfläche auf die gemessene Steifigkeit untersucht. Ursache dafür sind entweder die Unsicherheit bei der Ausrichtung eines ebenen Tasters oder die Verwendung eines kugelförmigen Tasters [20, 44].

Im Folgenden wird der analytische Zusammenhang zwischen gemessener Steifigkeit und dem Antastwinkel anhand eines Modells hergeleitet. In Abbildung 4.15 ist der modellierte Balken mit allen relevanten Größen dargestellt. Der Cantilever wird als einseitig eingespannter Euler-Bernoulli-Balken mit rechteckigem Querschnitt und der Länge  $l_x$  angenommen. An dessen Ende befindet sich senkrecht eine starre Spitze mit der Länge  $l_y$ . Es wird angenommen, dass keine Reibung auftritt und daher nur eine Kraft  $F$  normal zur Oberfläche wirkt. Der Anteil in  $z$ -Richtung  $F_z = \cos \beta \cdot F$  wird durch die Wägezelle gemessen. Aus den Schnittreaktionen ergibt sich das Biegemoment entlang der  $x$ -Richtung.

$$M_{by} = l_y \cdot F_x - (l_x - x)F_z$$



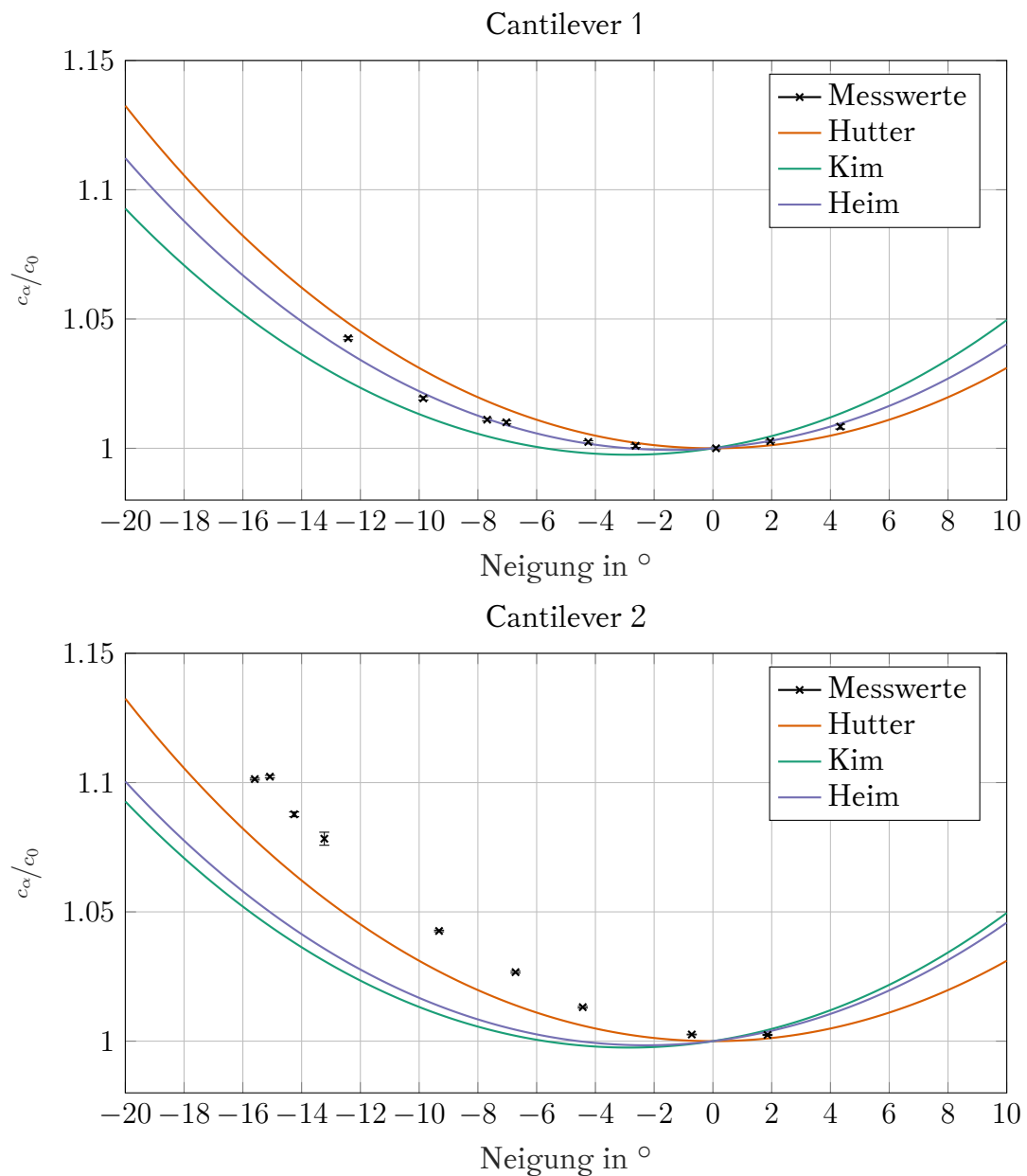


Abbildung 4.14: Relative Cantileversteifigkeit in Abhängigkeit von der Neigung für zwei Cantilever sowie die simulierten Ergebnisse

Die Durchbiegung des Balkens  $w(x, \beta)$  lässt sich mit den Randbedingungen:  $w(0, \beta) = 0$  und  $w'(0, \beta) = 0$  berechnen. Ersetzt man die  $x$ -Komponente der Kraft  $F_x = \tan \beta \cdot F_z$  ergibt sich folgende Durchbiegung am Ende des Balkens.

$$w(l_x, \beta) = \frac{F_z l_x^3}{3El_y} \left( \frac{3l_y}{2l_x} \tan \beta - 1 \right)$$

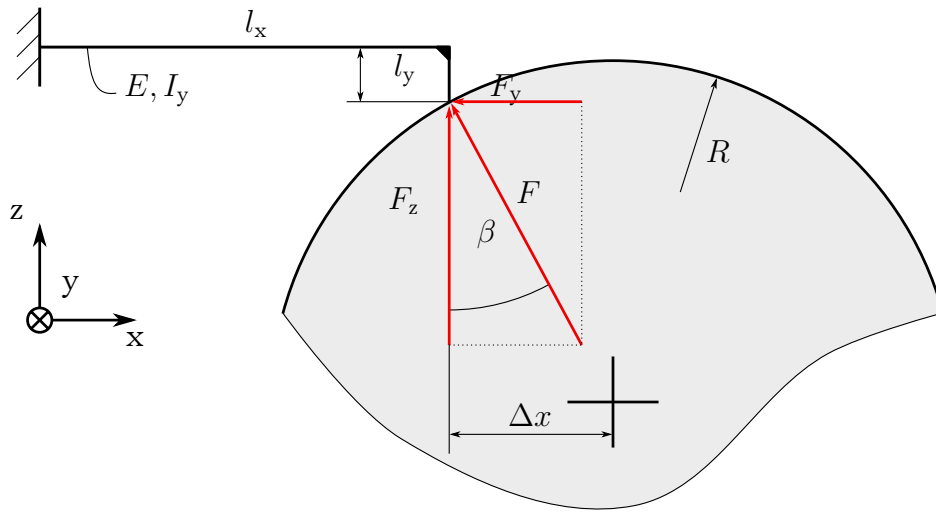


Abbildung 4.15: Mechanisches Modell des Cantilevers

Die Steifigkeit des Cantilevers ist als  $c_\beta = \frac{F_z}{w(l_x, \beta)}$  definiert und ergibt folgenden Faktor.

$$\frac{c_\beta}{c_0} = \frac{1}{1 - \frac{3}{2} \frac{l_y}{l_x} \tan \beta} \quad (4.3)$$

In [20] wird ebenfalls ein Modell zur Korrektur des Antastwinkels vorgestellt. Es wird eine tangentialen Reibkraft zwischen Spitze und Tasteroberfläche eingeführt woraus sich folgende Korrekturgleichung ergibt.

$$\frac{c_\beta}{c_0} = 1 - \mu \cdot \sin \beta$$

Der Reibkoeffizient zwischen Spitze und Taster wird auf  $\mu = 0.31$  geschätzt.

Zum Prüfen der beiden Modelle wurde die Steifigkeit eines Cantilevers mit verschiedenen Antastwinkeln gemessen. Die Messungen wurden mit dem in [19] vorgestellten Aufbau durchgeführt. Als Taster dienten zwei Rubinkugeln mit bekanntem Durchmesser  $R_1 = (300 \pm 2) \mu\text{m}$ ,  $R_2 = (1000 \pm 2) \mu\text{m}$ . Der Antastwinkel  $\beta$  wurde durch Messen an verschiedenen  $x$ -Positionen variiert. Die Positionierung in  $x$  erfolgte durch einen Spindelantrieb [72] mit einer Auflösung von  $1 \mu\text{m}$ . Zum Vermeiden von Umkehrspiel wurden die Sollpositionen stets von einer Seite angefahren. An jeder Stelle wurde eine Wiederholungsmessung mit  $n = 19$  durchgeführt. Der Scheitelpunkt beider Kugeltaster wurde als höchster Antastpunkt in  $z$ -Richtung identifiziert und symmetrisch davon in positiver und negativer  $x$ -Richtung gemessen. In Abbildung 4.16 sind die Messergebnisse von beiden Kugeln mit den jeweiligen Standardabweichungen eingezeichnet. Zudem sind die theoretischen Verläufe der vorgestellten Modelle mit den

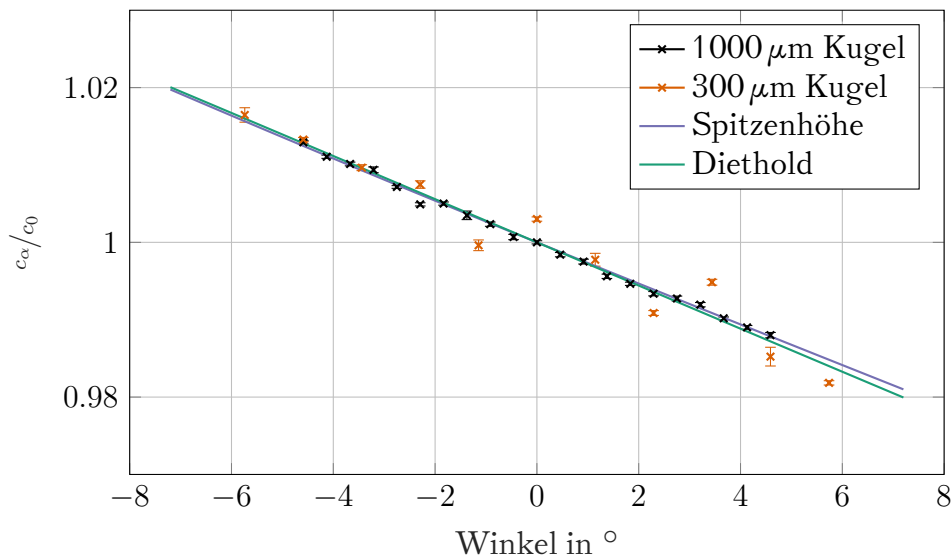


Abbildung 4.16: relative Cantileversteifigkeit in Abhängigkeit vom Antastwinkel für Messungen auf zwei Rubinkugeln sowie die simulierten Ergebnisse

Parametern:  $\mu = 0,16$  und  $l_y = 23 \mu\text{m}$  dargestellt. Die Werte für die Parameter wurden so angepasst, dass der theoretische Verlauf der Steifigkeit bestmöglich mit den Messergebnissen übereinstimmt.

Für kleine Winkel ändert sich die Steifigkeit annähernd linear mit dem Antastwinkel, was durch beide Modelle repräsentiert wird. Durch den in Abbildung 4.17 dargestellten Versuch wurde die Höhe der Cantileverspitze vermessen. Auf den Scheitelpunkt der Kugel wurde nacheinander die Spitze und der Mittelteil des Cantilevers angetastet und die Höhendifferenz ermittelt. Durch dieses Verfahren wurde eine Spitzenhöhe

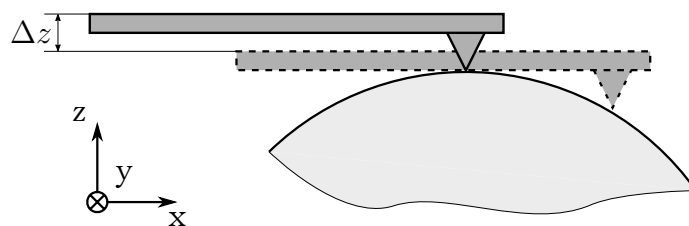


Abbildung 4.17: Messung der Spitzenhöhe

von  $l_y = 12 \mu\text{m}$  gemessen. Setzt man diesen Wert in Gleichung 4.3 ein, entspricht der Verlauf nicht mehr den Messwerten. Auch der Wert für den Reibkoeffizienten weicht deutlich von den typischen Reibkoeffizienten zwischen Siliziumverbindungen [18] ab. Die gefundenen Koeffizienten beider Modelle sind nicht plausibel wodurch sie sich nicht zur Fehlerkorrektur des Antastwinkels eignen.



## 5 Anwendungen

In diesem Kapitel wird die Verwendung des Cantileverprüfstandes exemplarisch an zwei Beispielen beschrieben. Der erste Cantilever weist mit ca. 30 mN/m eine geringe Steifigkeit auf [66]. Um die Spitze mit einem Spitzenradius von 30 nm nicht zu beschädigen, wurde diese Kalibrierung mit einer geringen Kalibrierkraft durchgeführt.

Der zweite Cantilever wurde mit großem zeitlichen Abstand mehrfach kalibriert um die Wiederholbarkeit des Prüfstands zu bestimmen. Des Weiteren wird das Messergebnis mit denen eines anderen Aufbaus verglichen.

### 5.1 Cantilever 1

#### 5.1.1 Messablauf

Vor der Messung wird der Cantilever am Halter befestigt und mit den Führungen bewegt. Mithilfe des Kamerabildes wird er in geringem Abstand mittig über dem Taster positioniert.

Während der Messung verfährt der Piezo schrittweise in  $z$ -Richtung mit einer kurzen Wartezeit zwischen den Stufen um die Einschwingzeit der Wägezelle abzuwarten. Eine große Anzahl an Schritten liefert mehr Messdaten zum Bestimmen der Cantileversteifigkeit. Allerdings erhöht sich dadurch auch die Messdauer, sodass der Einfluss einer Nullpunktdrift steigt. Abbildung 5.1 zeigt die Rohwerte des Spulenstroms während eines Lastzyklus. Aus den orange markierten Messwerten einer Laststufe wird jeweils der Mittelwert gebildet und die Kraft berechnet. Beim ersten Schritt besteht kein Kontakt zwischen Cantilever und Taster, sodass die Kraft konstant bleibt. Es fällt auf, dass der Strom beim vorletzten Entlastungsschritt geringfügig kleiner ist als im kontaktlosen Fall. Grund dafür ist die sogenannte Pull-Off-Kraft, eine Adhäsionskraft zwischen Spitze und Taster, durch die der Cantilever in Kontakt mit der Oberfläche bleibt und negativ ausgelenkt wird [1].

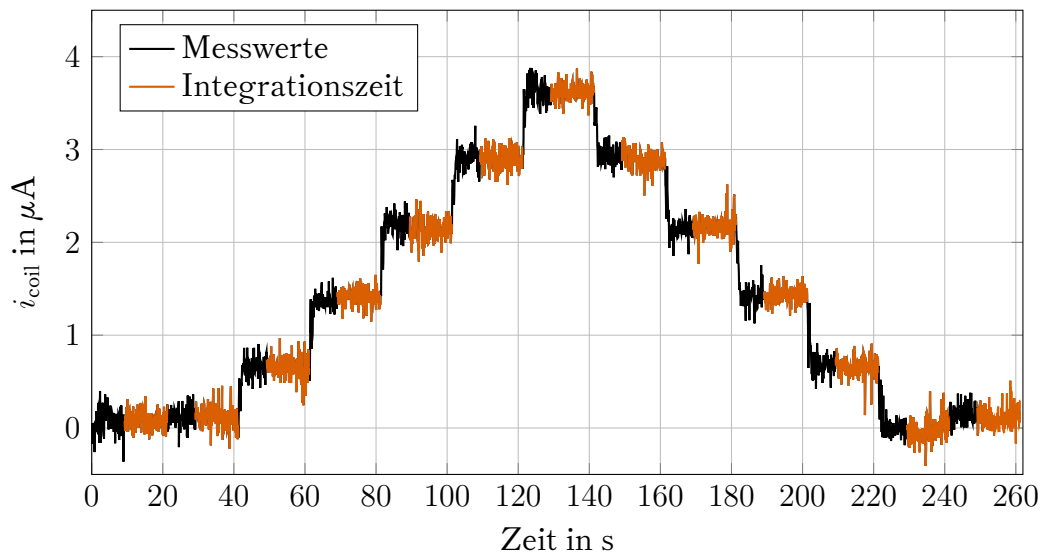


Abbildung 5.1: Spulenstrom während der Cantileverkalibrierung für einen Lastzyklus

### 5.1.2 Messergebnisse

Die Cantileverposition wird analog zur Kraft in jeder Piezostellung integriert und gemittelt. In Abbildung 5.2 ist die Kraft-Weg-Kennlinie vom selben Lastzyklus dargestellt wie in Abbildung 5.1. Zur besseren Übersichtlichkeit, wurden Kraft und Weg um ihren Offset bereinigt. In den letzten 5 Stufen befand sich der Cantilever im Kon-

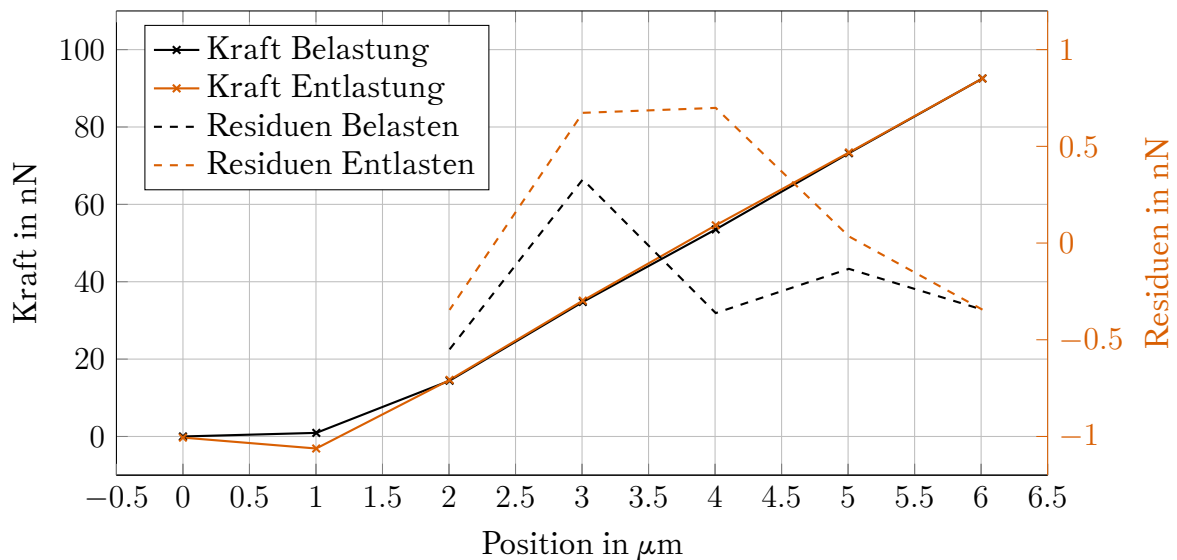


Abbildung 5.2: Kraft-Weg-Kennlinie von Cantilever 1 während eines Lastzyklus sowie die Linearitätsabweichungen im Kontaktbereich

takt mit dem Taster, sodass die Kennlinie dort einen linearen Verlauf beschreibt. Die

geringe Cantileversteifigkeit führt bereits bei kleinen Kräften ( $<100$  nN) zu großen Auslenkungen. Da die Cantileverlänge nur  $100\text{ }\mu\text{m}$  beträgt, würden typische Kalibrierkräfte ähnlicher Prüfstände ( $>1000$  nN) zu deutlich größeren Auslenkungen und einem nichtlinearen Verlauf der Kraft-Weg-Kennlinie führen. Die Messwerte wurden durch eine lineare Regressionsgerade angenähert, deren Anstieg der Cantileversteifigkeit entspricht. Aus der Differenz zwischen den Messwerten und der Regressionsgerade lassen sich Rückschlüsse auf die Unsicherheiten der Kalibrierung ziehen. In diesem Fall sind die Abweichungen auf die limitierte Kraftauflösung der Wägezelle und eine durch Kriechen verursachte Hysterese zurückzuführen.

Der Lastzyklus wurde im Rahmen einer Dauermessung für 20 h wiederholt und aus der Be- und Entlastungskurve jeweils die Steifigkeit des Cantilevers ermittelt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5.3 zusammengefasst. Aus der Messung geht eine mitt-

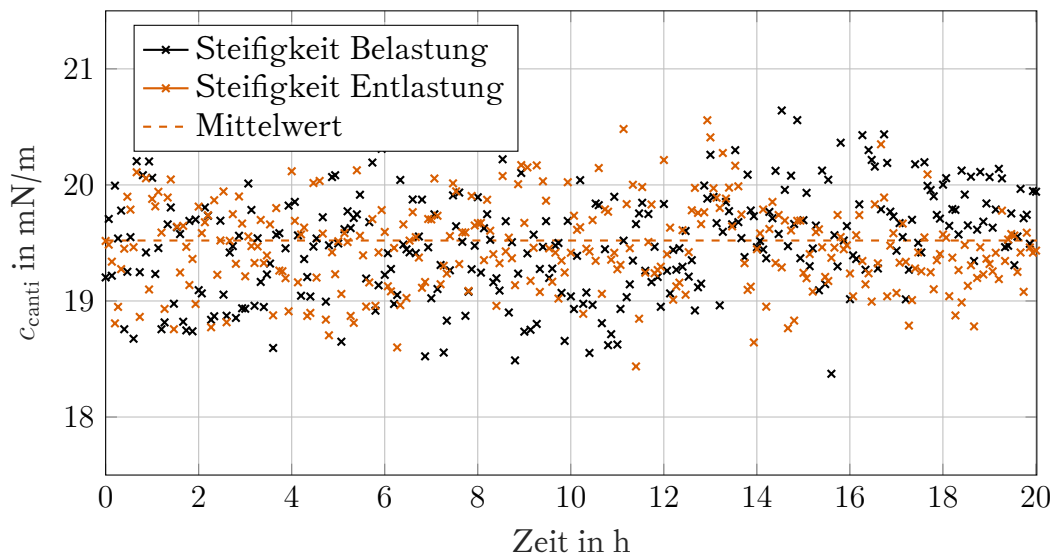


Abbildung 5.3: Messergebnisse einer Langzeitmessung der Cantileversteifigkeit

lere Steifigkeit von  $\overline{c_{\text{canti}}} = 19,52 \text{ mN/m}$  mit einer Standardabweichung von  $s(c_{\text{canti}}) = 0,29 \text{ mN/m}$  hervor.

### 5.1.3 Spitzenverschleiß

Um Schäden an der Spitze zu vermeiden, wurde die Kalibrierung des Cantilevers mit einer vergleichsweise geringen Kalibrierkraft von  $<100$  nN durchgeführt. Anschließend wurde die Cantileverspitze in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) inspiziert. In Abbildung 5.4 ist die Unterseite des Cantilevers in verschiedenen Vergrößerungen zu sehen. Der eingezeichnete Kreis hat einen Radius von 30 nm, was der

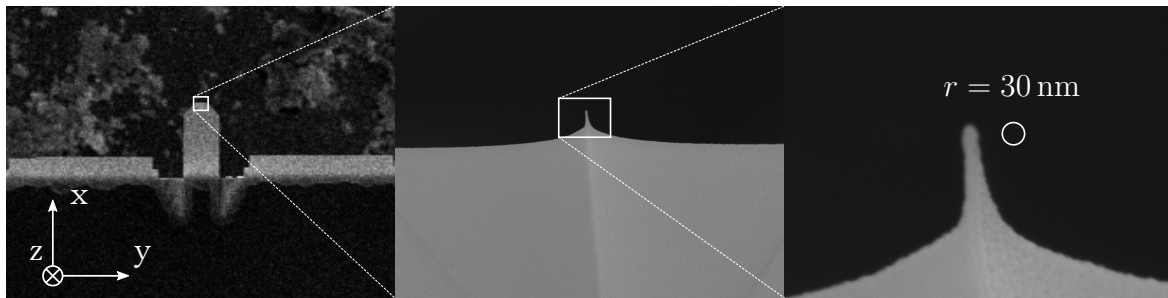


Abbildung 5.4: REM-Bild von Cantilever 1 in verschiedenen Vergrößerungen. Der Cantilever ist von unten zu sehen (aufgenommen durch Martin Hofmann)

Spezifikation des Herstellers entspricht. Die Spitze unterschreitet den notwendigen Radius und weist keine Bruchkanten auf. Es ist daher anzunehmen, dass durch die Messung kein Schaden an der Spitze entstanden ist.

Zur Verdeutlichung der Perspektive ist in Abbildung 5.5 die Form des Cantilevers mit angedeuteter Spitze dargestellt.

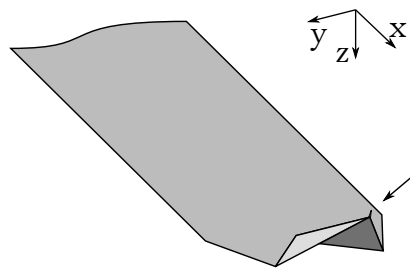


Abbildung 5.5: Schematische Darstellung des Cantilevers zur Verdeutlichung der Ausrichtung während der REM-Aufnahmen

## 5.2 Cantilever 2

### 5.2.1 Messergebnisse

Um die Wiederholbarkeit des Cantileverprüfstandes zu ermitteln, wurde die Steifigkeit eines zweiten Cantilevers mehrfach kalibriert. In insgesamt drei Messreihen wurde jeweils eine Langzeitmessung für mehrere Stunden durchgeführt. Zu Beginn jeder Messreihe wurde der Cantilever am Halter befestigt und mithilfe der Kamera mittig über dem Taster positioniert. Alle Messreihen wurden mit unterschiedlichen Parametern (Schrittweite, Anzahl Schritte, Integrationszeit) durchgeführt, um deren Einfluss zu analysieren.

In Abbildung 5.6 sind die Ergebnisse des neu entwickelten Cantileverprüfstandes



(1WZ) gemeinsam mit den Ergebnissen eines bestehenden Prüfstandes (WZ2P) dargestellt [19]. Es handelt sich jeweils um die Mittelwerte aus den Anstiegen der Be- und

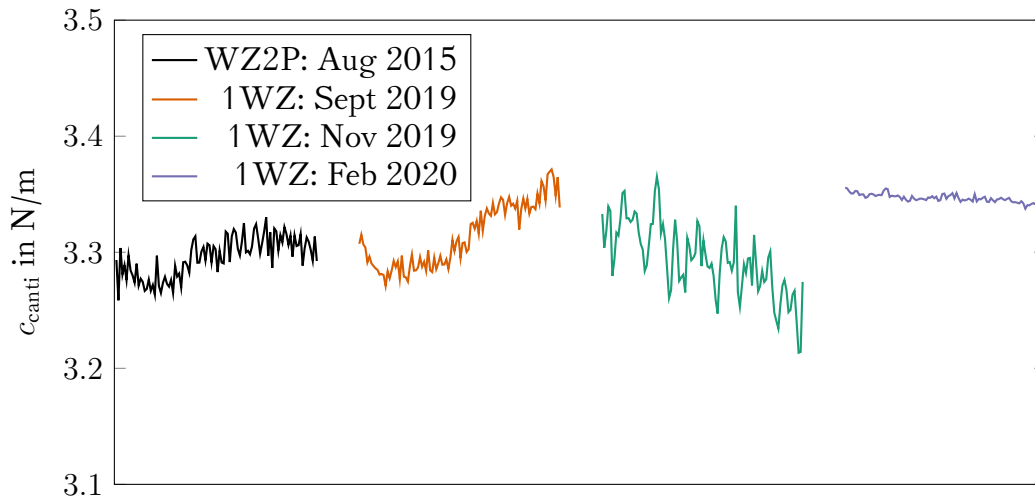


Abbildung 5.6: Kalibrierergebnisse von Cantilever 2

Entlastungskurven. Abbildung 5.7 zeigt die Standardabweichungen der Messreihen in Form von Fehlerbalken. Mit Ausnahme der letzten Messreihe zeigen die Mess-

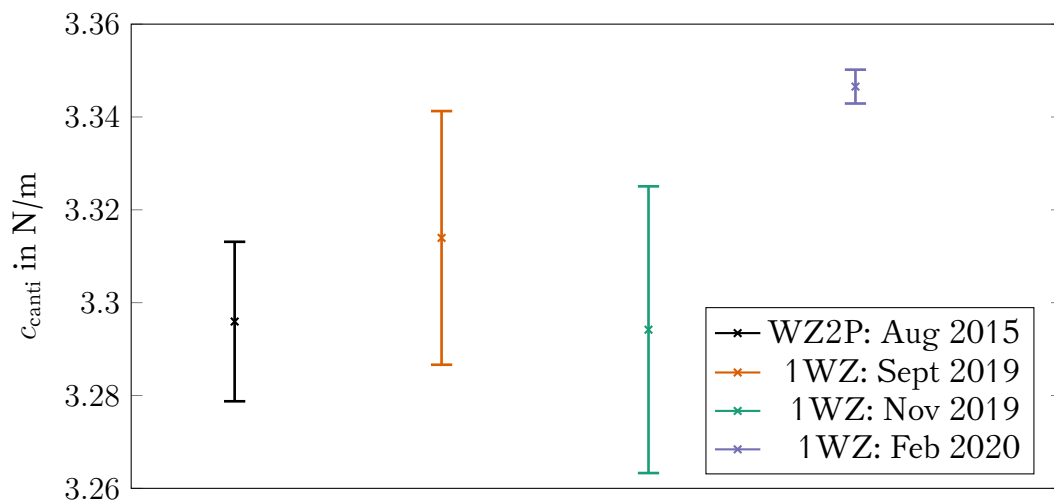


Abbildung 5.7: Mittelwerte der Messreihen und deren Standardabweichung als Fehlerbalken

ergebnisse eine gute Übereinstimmung. Auf die Abweichung der letzten Messreihe wird im nächsten Abschnitt ausführlich eingegangen. Die Mittelwerte der ersten drei Messungen unterscheiden sich um maximal 0,5 % und die Intervalle der Standardabweichungen überlappen sich deutlich. Das bestätigt einerseits die Wiederholbarkeit

des Prüfstandes und andererseits die Kalibrierung der effektiven Kraftkonstante. Zur Standardabweichungen kommen systematische Abweichungen wie die Kalibrierung der effektiven Kraftkonstante.

### 5.2.2 Nichtlinearitäten

Die letzte Kalibrierung von Cantilever 2 zeigt eine deutliche Abweichung zu den vorherigen Messungen. Bei dieser wurde eine große Kalibrierkraft verwendet, wodurch sich die geringe Standardabweichung erklären lässt. Abbildung 5.8 zeigt die Kraft-Weg-Kennlinie für einen Lastzyklus dieser Messreihe. In den Residuen ist bei  $9\mu\text{m}$

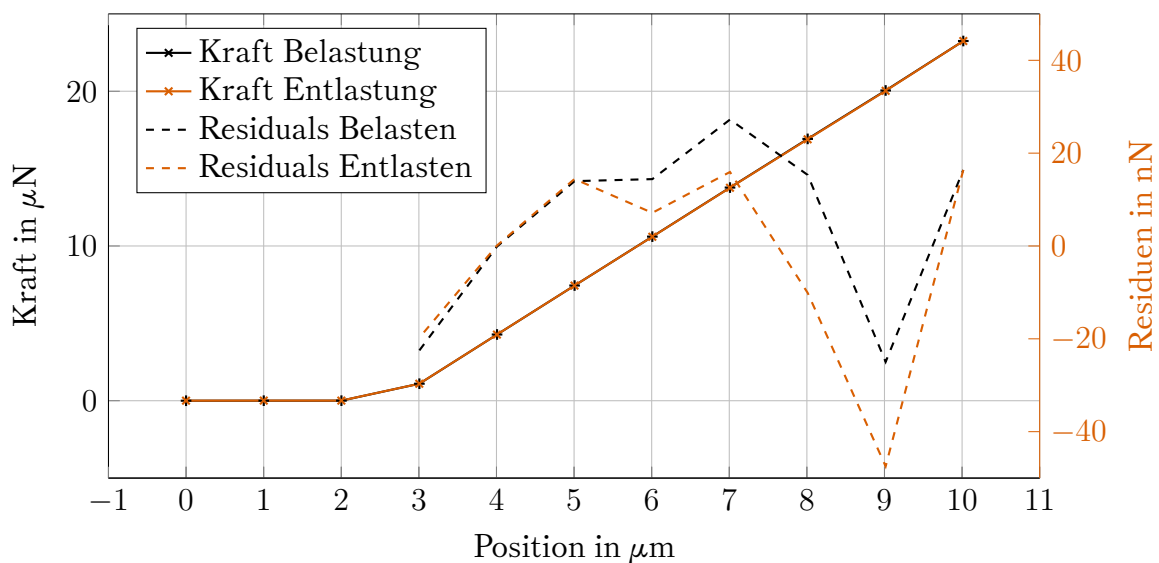


Abbildung 5.8: Kraft-Weg-Kennlinie während eines Lastzyklus aus der Messreihe: 1WZ: Feb 2020

ein Sprung von ca. 30 nN zu sehen, welcher beim Be- und Entlasten in allen Lastzyklen auftrat. Dieser ist auf die große Auslenkung des Cantilevers zurückzuführen, wodurch es zu einer parasitären Bewegung der Spitze in  $x$ -Richtung kommt. Anfangs haftet die Spitze auf der Tasteroberfläche und gleicht die Bewegung durch zusätzliche Verformung des Cantilevers aus. Das dadurch wirkende Drehmoment  $M_b$  hat einen Einfluss auf die gemessene Steifigkeit. Wird die maximale Haftreibungskraft überschritten, rutscht die Cantileverspitze auf dem Taster (Stick-Slip-Effekt), wodurch sich die effektive Cantileverlänge ändert und das zusätzliche Drehmoment verschwindet. In Abbildung 5.9 ist dieser Effekt in überhöhter Weise dargestellt.

Die Kalibrierung des Cantilevers sollte daher mit einer möglichst geringen Kraft erfolgen.

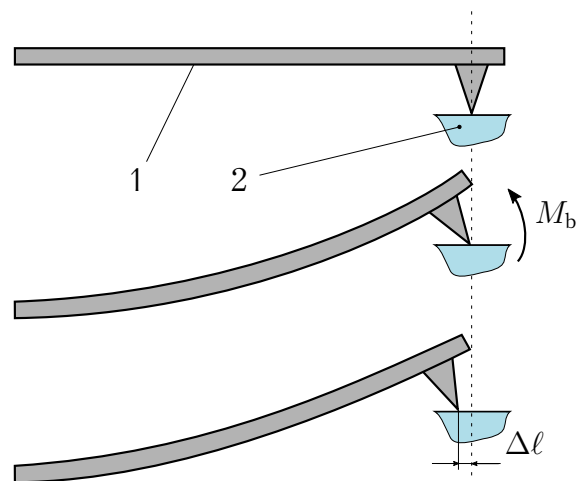


Abbildung 5.9: Kontakt zwischen Cantilever (1) und Taster (2) bei steigender Last. Bei großen Auslenkungen rutscht die Spitze auf dem Taster (Unten).



## 6 Messunsicherheiten

Der hier vorgestellte Prüfstand ermöglicht das rückführbare Messen von Cantileversteifigkeiten. Das setzt voraus, dass die gemessenen Größen in einer ununterbrochenen Kette von Kalibrierungen auf SI-Einheiten zurückgeführt werden können [3]. In diesem Kapitel werden die Unsicherheitsbeiträge bei der Cantileverkalibrierung diskutiert und am Beispiel von zwei Messungen in einem Messunsicherheitsbudget zusammengefasst.

### 6.1 Interferometer

Die verwendeten Interferometer sind im Aufbau und ihrer Funktionsweise identisch (3.3.4.2) und unterscheiden sich nur in ihrer Totstrecke. Aus der Phasenlage der Interferometerstrahlen  $\varphi$  und der Wellenlänge des HeNe-Lasers  $\lambda$  wird die Position des Messspiegels bestimmt.

$$l = \left(N + \frac{\varphi}{2\pi}\right) \cdot \frac{\lambda}{4} \quad (6.1)$$

Die Größe  $N$  steht für die ganzzahlige Anzahl an Perioden.

#### 6.1.1 Wellenlänge

Die Wellenlänge in Luft ergibt sich aus dem folgenden Zusammenhang.

$$\lambda = \frac{\lambda_0}{n}$$

Die Vakuumwellenlänge  $\lambda_0$  ist im Kalibrierschein der Laserquelle mit Unsicherheit angegeben. Der Brechungsindex der Luft  $n$  lässt sich mit der Edlén-Gleichung [25], bzw. einer modifizierten Variante davon [8] berechnen. Es handelt sich dabei um eine empirische Formel mit den Eingangsgrößen: Temperatur  $T$ , relative Luftfeuchte  $rF$  und Luftdruck  $p$ . Diese Werte werden durch Sensoren am Interferometer erfasst und vom Hersteller mit einer Unsicherheit angegeben [87]. Im Falle der Temperaturmessung wird aufgrund des Abstandes zwischen dem PT-100-Messfühler und dem

Laserstrahl eine zusätzliche Unsicherheit angenommen.

Die Wellenlänge dient bei der Positionsmessung als Maßstab, wodurch ihr Unsicherheitsbeitrag von der Messstrecke abhängig ist. In der folgenden Tabelle sind die Einflussgrößen und deren Beitrag zur Unsicherheit des Interferometers zusammengefasst. Bei allen Größen wird von einer Normalverteilung der Messwerte ausgegangen. Das Interferometer welches die Wagenposition misst hat eine Totstrecke von Null,

Tabelle 6.1: Unsicherheiten der Wellenlänge haben eine relative Messunsicherheit der Interferometermesswertes zur Folge

Messgröße	Erwartungswert	Unsicherheit	rel. Unsicherheitsbeitrag: $\frac{\Delta\lambda}{\lambda}$
$\lambda_0$	632,9912 nm	$\lambda_0 \cdot 2 \cdot 10^{-8}$	$2 \cdot 10^{-8}$
$p$	95 000 Pa	50 Pa	$2,2 \cdot 10^{-6}$
$T$	25 °C	0,25 °C	$1,6 \cdot 10^{-7}$
$rF$	50 %	3 %	$1,1 \cdot 10^{-7}$
$\lambda$	632,6618 nm	1,4 pm	$2,2 \cdot 10^{-6}$

sodass der Einfluss einer Wellenlängenänderung vernachlässigbar ist. Im Falle des anderen Interferometers, welches die Cantileverposition bestimmt, gibt es eine optisch nicht kompensierte Strecke welche sich aus einer Totstrecke von ca. 15 mm und dem Messbereich von maximal 10  $\mu\text{m}$  zusammensetzt. Die entstehende Messabweichung hängt von der Wellenlängenänderung innerhalb eines Lastzyklus ab. In Abbildung 6.1 sind die aufgezeichneten Umweltdaten während einer Cantileverkalibrierung dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die Messung zu Beginn eine starke Temperaturdrift aufweist. Grund dafür ist die eingebrachte Wärme durch den Bediener, die Führungen, die Kamera, dem Lagesensor und der Beleuchtung. All diese Wärmequellen sind während der Messung nicht mehr vorhanden, sodass sich nach einer Einlaufzeit ein statischer Zustand einstellt.

Um die Einflüsse der Umweltparameter auf die Positionsmessung des Cantilevers abzuschätzen, sind in Abbildung 6.2 die Messwerte des Interferometers während der Cantileverkalibrierung dargestellt. Es handelt sich jeweils um den ersten Schritt eines Lastzyklus, sodass die Bewegung des Piezos nicht zu sehen ist. Die Verschiebung der Nullposition ist sowohl durch die Totstrecke des Interferometers als auch durch die thermische Ausdehnung der Führungen und des Cantileverhalters zu erklären. In der Ableitung ist zu sehen, dass nach 3 h die Drift bei ca. 1 nm pro Kraftzyklus liegt. Dieser Beitrag wird im Messunsicherheitsbudget mit der Linearitätsabweichung zusammengefasst.

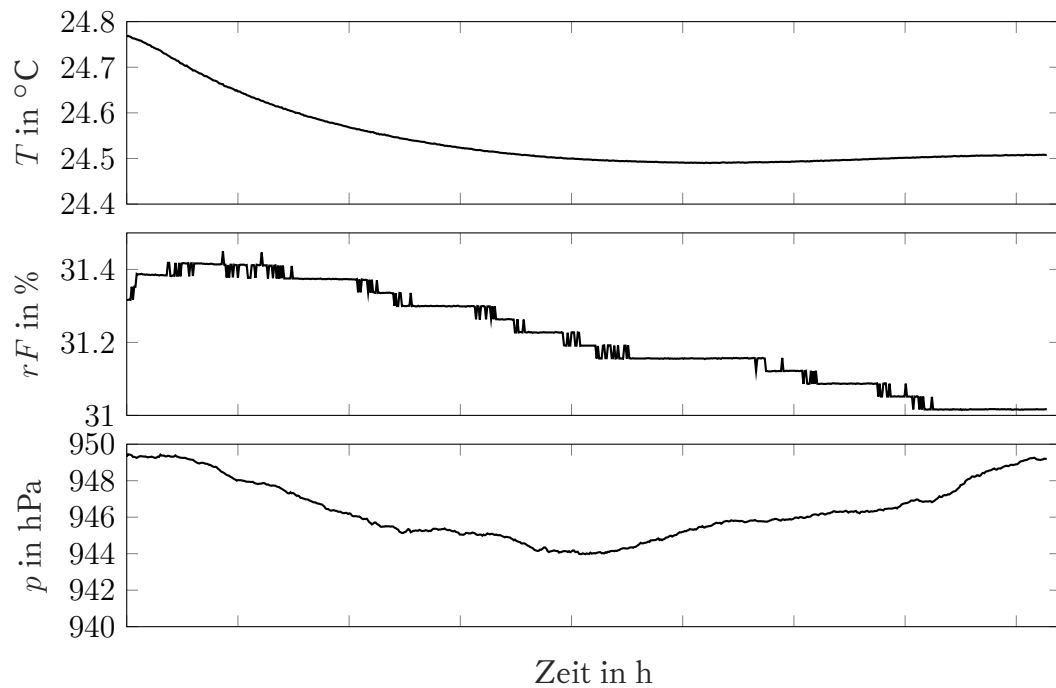


Abbildung 6.1: Langzeitmessung der Umweltparameter: Temperatur, Feuchte und Luftdruck

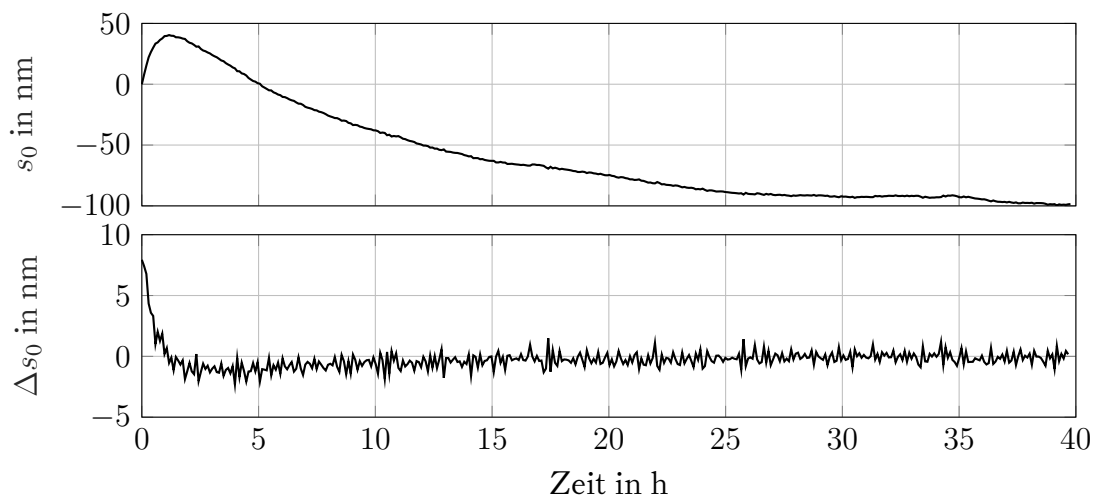


Abbildung 6.2: Nullpunktdrift der Cantileverposition (oben) sowie die Drift pro Lastzyklus (unten)

### 6.1.2 Nichtlinearität

Der Phasenwinkel zwischen den Interferometerstrahlen  $\varphi$  wird aus den gemessenen Intensitäten an den Photodioden bestimmt. Dabei handelt es sich um die  $90^{\circ}$  phasenverschobenen Signale  $I_{\sin}$  und  $I_{\cos}$ . In [95] wird deren Verlauf durch folgende Gleichung

chung beschrieben.

$$I_{\sin} = A_{\sin} \cdot \sin(\varphi) + O_{\sin}$$

$$I_{\cos} = A_{\cos} \cdot \cos(\varphi + \delta) + O_{\cos}$$

Die Amplituden  $A_{\sin}$  und  $A_{\cos}$  werden durch einen geräteinternen Regler auf den gleichen Wert geregelt. Der Gleichanteil der Signale  $O_{\sin}$  und  $O_{\cos}$  wird jeweils zu Null geregelt. Durch den zusätzlichen Winkel  $\delta$  wird die Phasenabweichung zwischen den Signalen beschrieben. Nach folgender Gleichung wird der Winkel  $\varphi$  ermittelt.

$$\varphi = \arctan\left(\frac{I_{\sin}}{I_{\cos}}\right)$$

Durch die Regelung ist der verbleibenden Einfluss von Amplitude und Offset verglichen mit der Phasenabweichung vernachlässigbar [49].

Der geräteinterne Schwinger wird während der Messung nicht verwendet um mögliche Störeinflüsse zu minimieren. Dadurch hat die Phasenabweichung  $\delta$  eine Nichtlinearität des Phasenwinkels  $\varphi$  zur Folge und somit Einfluss auf das Messergebnis. Abbildung 6.3 zeigt die Lissajous-Figur des Interferometers für den Fall, dass die Phasenlage zwischen den Signalen nicht  $90^\circ$  beträgt. Es kommt zu einer elliptischen

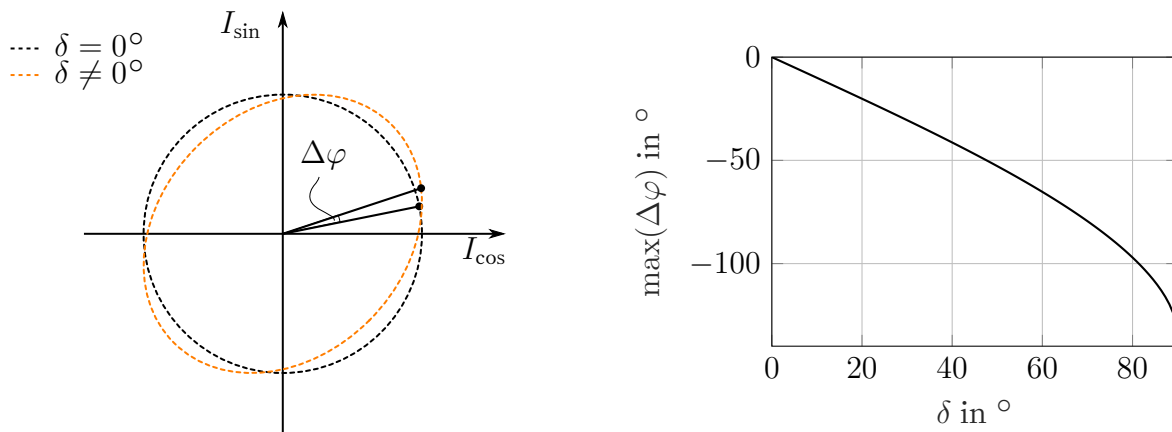


Abbildung 6.3: Lissajous-Figur des Interferometers bei einer Phasenabweichung sowie die entstehenden Linearitätsabweichungen

Verzerrung welche eine  $\pi$ -periodische Abweichung von  $\varphi$  zur Folge hat. Im Positionssignal entspricht das einer Periode von  $\lambda/4$ . Das Diagramm auf der rechten Seite zeigt, dass die Positionsabweichung für kleine Winkel linear zur Phasenabweichung verläuft. Nimmt man eine maximale Phasenabweichung von  $\pm 2^\circ$  an, kommt es zu einer Positionsabweichung von 1,7 nm. Die Unsicherheit der Linearitätsabweichung wird



im Messunsicherheitsbudget mit dem Beitrag der Umwelteinflüsse zu  $\Delta s_{\text{inf}} = 3 \text{ nm}$  zusammengefasst. Um den Einfluss von Nichtlinearitäten des Interferometers zu minimieren, bietet sich für die Schrittweite des Piezos ein Vielfaches von  $\lambda/2$  an.

Der Unsicherheitsbeitrag durch die Auflösung des Interferometers ist mit  $20 \text{ pm}$  vergleichsweise gering und wird im Messunsicherheitsbudget daher vernachlässigt.

### 6.1.3 Cosinusfehler

Das Interferometer misst die Cantileverposition über einen Planspiegel auf dem Cantileverhalter. Der Cantilever befindet sich in Verlängerung zum Laserstrahl, sodass es zu keinem Abbe-Fehler 1. Ordnung kommt. So haben weder eine Schrägstellung des Piezos noch dessen Rotationslage einen Einfluss auf die Positionsmessung.

Ein Winkel zwischen Interferometerstrahl und der Kraftmessrichtung  $\gamma$  hat einen Cosinusfehler zur Folge. Dadurch vergrößert sich die gemessene Strecke  $s_{\text{inf}}$  nach folgendem Zusammenhang.

$$s_{\text{inf}} = \frac{s_{\text{canti}}}{\cos(\gamma)} \quad (6.2)$$

Sowohl die Wägezelle als auch der Planspiegel am Cantileverhalter wurden mit einer Dosenlibelle horizontal ausgerichtet. Durch die limitierten Auflösung der Libelle verbleibt trotz Justierung ein Winkelfehler. Hinzu kommt der Winkel zwischen Laserstrahl und dem Lot der Oberfläche, welcher vom Hersteller mit maximal  $1,5'$  angegeben ist [87]. Für den gesamten Winkelfehler werden  $30'$  angenommen, was nach Gleichung 6.2 zu einer relativen Abweichung von  $-3,8 \cdot 10^{-5}$  führt. In der Unsicherheitsbetrachtung wird der Cosinusfehler mit dem Faktor  $f_\gamma$  berücksichtigt wobei eine Rechteckverteilung des Winkelfehlers angenommen wird.

Bei dem Interferometer zum Messen des Wägebalkens sorgt ein schräger Strahleinfall für einen Cosinusfehler und eine Unsicherheit der Hebellänge  $r_{\text{canti}}$ . Das gilt für beide Strahlen und ist in Abbildung 6.4 in überhöhter Weise dargestellt. Die genannten Beiträge haben einen Einfluss auf die Sensitivität des Interferometers, nicht aber auf dessen Nullposition. Unter der Annahme, dass sich die Totstrecke nicht signifikant ändert, ist der Cosinusfehler für dieses Interferometer vernachlässigbar.

## 6.2 Kraftmessung

Die Cantileverkraft wird mit der 1WZ Wägezelle nach Gleichung 3.9 berechnet. Unter Berücksichtigung der Ausrichtung des Cantilevers sowie der Abweichung vom

Nullpunkt, ergibt sich folgende Gleichung für die Kraft.

$$F_{\text{canti}} = B\ell_{1\text{WZ}} \cdot i_{\text{coil}} \cdot f_{\alpha} \cdot f_{\beta} \cdot f_{\Delta} + s_{\text{bal}} \cdot c_{\text{joint}}$$

In diesem Kapitel werden die Einflüsse dieser Größen diskutiert und anschließend deren Unsicherheitsbeiträge abgeschätzt. Abbildung 6.4 stellt die relevanten Fehleinflüsse auf die Cantileverkalibrierung in stark vergrößerter Form dar.

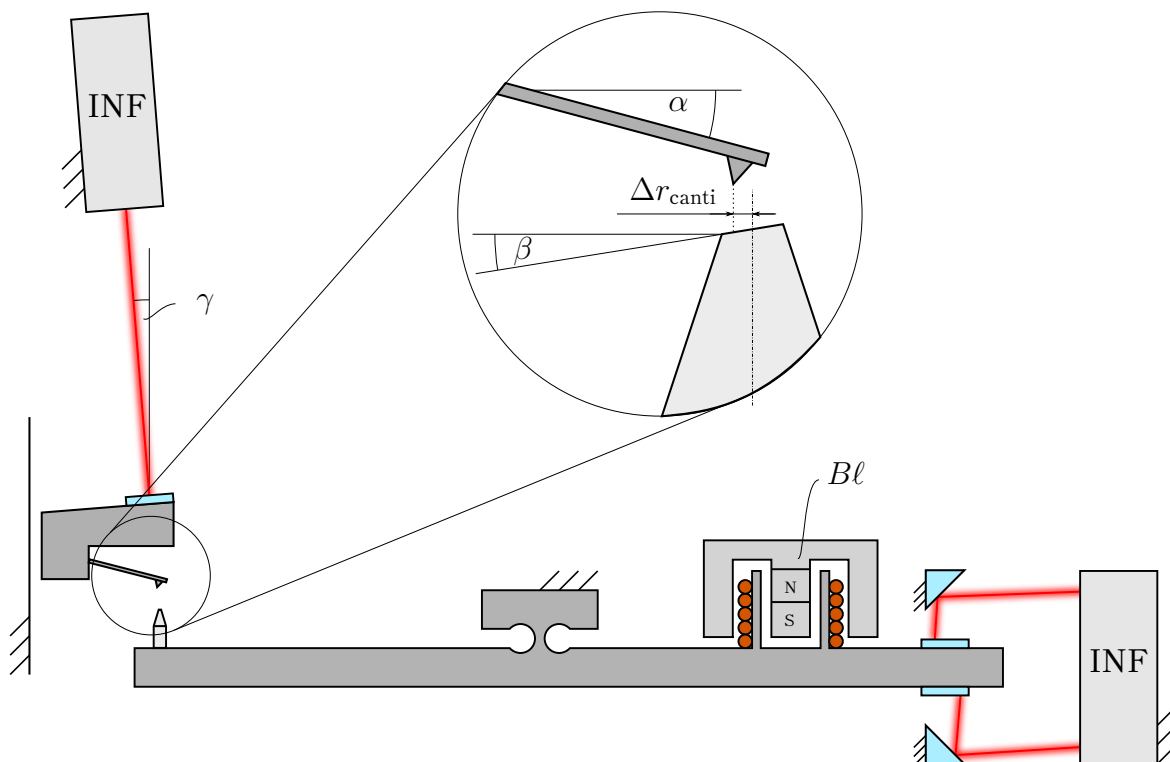


Abbildung 6.4: Geometrische Einflussgrößen auf die Messunsicherheit des Cantileverprüfstandes

### 6.2.1 Kraftkonstante

Die Kraftkonstante der 1WZ wurde durch zwei unabhängige Kalibrierungen ermittelt. Aufgrund der wesentlich geringeren Standardabweichung der statischen Kalibrierung, wird deren Ergebnis beim Messen mit der 1WZ verwendet.

In Kapitel 4.1.1 wird die Kalibrierung der verwendeten Wägezelle WZ2P mit Referenzgewichten beschrieben. Die Gewichtskraft der Prüfgewichte wird durch Gleichung 4.1 aus der Masse des Prüfgewichts  $m$ , der lokalen Erdbeschleunigung  $g$  und dem Kompensationsstrom der Spule  $i$  bestimmt. Das verwendete E0-Drahtgewicht [65]

hat eine Masse von  $(20,0000 \pm 0,0015) \text{ mg}$  [33]. Die Gravitationsbeschleunigung wurde am Aufstellort durch das Bundesamt für Kartographie und Geodäsie bestimmt und beträgt  $g = (9,810\,159\,85 \pm 0,000\,000\,11) \text{ m/s}^2$ . Hinzu kommt der Einfluss der Mondgravitation mit einem weiteren Unsicherheitsbeitrag von  $3 \text{ m/s}^2$ . Die verwendete Stromquelle HP3245a hat beim Erzeugen eines Gleichstroms eine Unsicherheit von  $\Delta i = 7,2 \cdot 10^{-5} \cdot i + 3,9 \text{ nA}$  [38]. Nach 8 Messungen ergab sich eine Unsicherheit des Mittelwertes von  $\delta B\ell_{\text{WZ2P}} = \frac{1,287 \text{ mN/A}}{\sqrt{8}}$ . Die Unsicherheitsbeiträge der Umweltparameter für die Auftriebskorrektur ist vernachlässigbar.

Mit Gleichung 3.10 lässt sich anschließend die Kraftkonstante der 1WZ bestimmen. Neben der Referenzkraft sorgt die in Kapitel 4.1.2 bestimmte Linearitätsabweichung für eine rechteckverteilte Kraft  $F_{\text{lin}} = \frac{15 \text{ nN}}{\sqrt{3}}$ . Es ergibt sich folgende Gleichung für die Bestimmung der effektiven Kraftkonstante.

$$B\ell_{1\text{WZ}} = \frac{B\ell_{\text{WZ2P}} \cdot i_{\text{WZ2P}} + F_{\text{lin}}}{i_{1\text{WZ}}}$$

Die Ströme  $i_{\text{WZ2P}}$  und  $i_{1\text{WZ}}$  wurden jeweils von einem Kanal der verwendeten Stromquelle HP3245a erzeugt. Nach 50 Wiederholungsmessungen ergab sich für die Kraftkonstante der 1WZ eine Unsicherheit des Mittelwertes von  $\Delta B\ell_{1\text{WZ}} = \frac{0,0116 \text{ mN/A}}{\sqrt{50}}$ . In diesem Beitrag sind die Wiederholbarkeit der Strommessung und die Einflüsse der Mechanik zur Kraftübertragung enthalten.

Die Temperaturabhängigkeit des Dauermagneten wurde in Kapitel 4.2.2 diskutiert und der Temperaturkoeffizient bestimmt. Bei der späteren Messung der Differenztemperatur  $\Delta T$  wird der Wert des selben Temperatursensors verwendet wie zum Aufzeichnen des Temperaturgangs. Es handelt sich um das Widerstandsthermometer des Interferometers dessen Wert auch zur Edlén-Korrektur verwendet wird. Dessen Unsicherheit wird auf  $0,25 \text{ K}$  mit Normalverteilung abgeschätzt. In Tabelle 6.2 sind die Einflussfaktoren auf die temperaturkorrigierte Kraftkonstante aufgelistet. Einen Großteil der Messunsicherheit kommt durch den Beitrag der Temperaturmessung zustande. Die Unsicherheit der Temperaturmessung wurde trotz deutlich feinerer Auflösung des Sensors auf  $0,25 \text{ K}$  geschätzt, da sich der Sensor nicht direkt an der Spule befindet.

### 6.2.2 Orientierung des Cantilevers

In Kapitel 4.3 wird der Einfluss der Cantileverorientierung untersucht. Es wird in eine Neigung des Cantilevers und der Tasteroberfläche unterschieden und Modelle

Tabelle 6.2: Einflussfaktoren auf die temperaturkorrigierte, effektive Kraftkonstante der 1WZ Wägezelle nach statischer Kalibrierung und deren relativer Unsicherheitsbeitrag

Messgröße	Erwartungswert	Unsicherheit	rel. Unsicherheitsbeitrag: $\frac{\Delta B\ell_{1WZ}}{B\ell_{1WZ}}$
Kalibrierung der WZ2P mit Prüfgewicht			
$m_{\text{ref}}$	20 mg	1,5 $\mu\text{g}$	$7,5 \cdot 10^{-5}$
$g$	9,810 159 85 m/s <sup>2</sup>	3,11 $\mu\text{m/s}^2$	$3,1 \cdot 10^{-7}$
$i_{\text{WZ2P}}$	17,0579 $\mu\text{A}$	5,12 nA	$3,0 \cdot 10^{-4}$
$\delta B\ell_{\text{WZ2P}}$	0 N/A	0,45 mN/A	$4,0 \cdot 10^{-5}$
$B\ell_{\text{WZ2P}}$	11,502 13 N/A	3,6 mN/A	$3,1 \cdot 10^{-4}$
Kalibrierung der 1WZ mit WZ2P			
$\Delta T$	0 K	0,25 K	$1,3 \cdot 10^{-3}$
$i_{\text{WZ2P}}$	7,1337 $\mu\text{A}$	4,41 nA	$6,1 \cdot 10^{-4}$
$i_{1\text{WZ}}$	3,1674 mA	232 nA	$7,3 \cdot 10^{-5}$
$\delta B\ell_{1\text{WZ}}$	0 N/A	1,64 $\mu\text{N/A}$	$6,3 \cdot 10^{-5}$
$F_{\text{lin}}$	0 nN	15 nN $\cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$
$B\ell_{1\text{WZ}}$	25,9054 mN/A	39,3 $\mu\text{N/A}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$

für beide Verläufe aufgestellt. Bei der Unsicherheitsbetrachtung wird die Neigung des Cantilevers durch den Faktor  $f_\alpha$  berücksichtigt welcher Gleichung 4.2 entspricht. Durch das Kamerabild kann der Neigungswinkel auf ca.  $0,1^\circ$  bestimmt werden. Allerdings kam es zwischen den Messergebnissen und dem Modell zu Differenzen welche ebenfalls mit der Unsicherheit berücksichtigt werden. Die Unsicherheit des Winkels  $\alpha$  wird auf  $2^\circ$  mit Rechteckverteilung geschätzt. Da die Oberseite des Tasters flach ist, hat die Antastposition keinen Einfluss auf den Winkel  $\beta$ . Für den Winkel der Antastfläche wird vom Hersteller eine Unsicherheit von  $0,5^\circ$  zur Rotationsachse angegeben [90].

Die Antastposition der Cantileverspitze auf dem Taster hat einen Einfluss auf die gemessene Kraft da sich die Länge des Hebelarms zum Drehgelenk  $r_{\text{canti}}$  verändert. In Abbildung 6.4 ist der Versatz zwischen Cantileverspitze und der Mitte des Tasters  $\Delta r_{\text{canti}}$  eingezeichnet. Die Änderung der gemessenen Kraft werden in der Unsicherheitsbetrachtung durch den Faktor  $f_\Delta$  berücksichtigt. Aus Gleichung 2.2 ergibt sich durch den Versatz folgender Faktor.

$$f_\Delta = \frac{\Delta r_{\text{canti}} + r_{\text{canti}}}{r_{\text{canti}}}$$

Das Ausrichten der Spitze zum Taster erfolgt über das Kamerabild deren optische Auflösungsgrenze bei  $3,3\,\mu\text{m}$  liegt. Praktisch ist die Bestimmung der Spitzenposition durch die hohe Anzahl an Pixeln deutlich genauer. Dennoch wird für die Unsicherheitsbetrachtung konservativ ein Versatz von  $3,3\,\mu\text{m}$  mit Rechteckverteilung angenommen.

### 6.2.3 Kraftauflösung

Sobald der Wägebalken sich statisch außerhalb der Nullposition befindet, ist eine Kraft notwendig um das Festkörpergelenk zu verbiegen (siehe Kapitel 2.3.2). Ursachen dafür sind die begrenzte Wegauflösung des Positionssensors und die Stabilität der Regelung. In Abbildung 6.5 ist die Position des geregelten Wägebalkens während einer Cantileverkalibrierung dargestellt. Bei den Messwerten handelt es sich um das

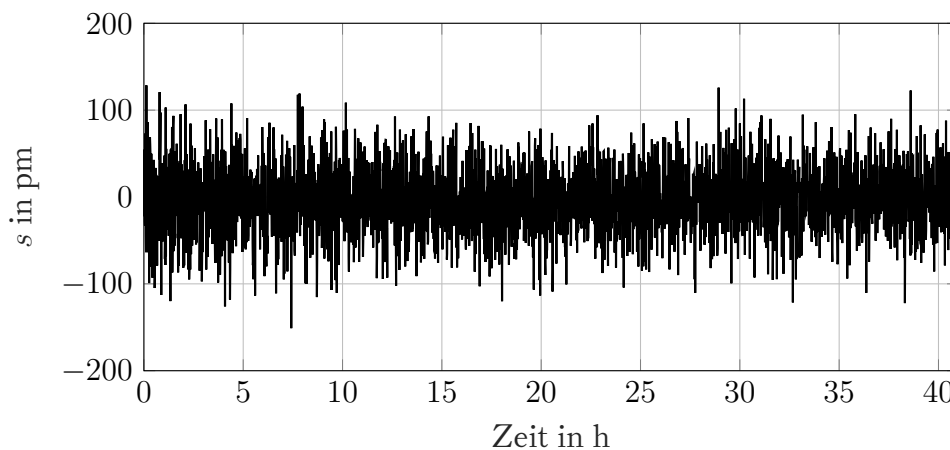


Abbildung 6.5: Interferometrisch gemessene Position des geregelten Wägebalkens für jede Laststufe

Positionssignal des Interferometers welches auf jeder Laststufe nach der Einschwingzeit für 12 s integriert wurde. Die Standardabweichung beträgt  $78,8\,\text{pm}$  was nach Gleichung 2.3 einer Kraft von  $63,3\,\text{pN}$  entspricht.

### 6.2.4 Drift

Die Nulllage der Wägezelle ist einer ständigen Drift ausgesetzt was auf Umwelteinflüsse zurückzuführen ist. In Abbildung 6.6 ist die Position des Wägebalkens über einen langen Zeitraum dargestellt. Im geregelten Betrieb befindet sich dieser zwar stets in der Nulllage, doch äußert sich in diesem Fall die Drift in Form einer Änderung des dafür notwendigen Spulenstroms. Bei dieser Messung wurde bewusst die Position

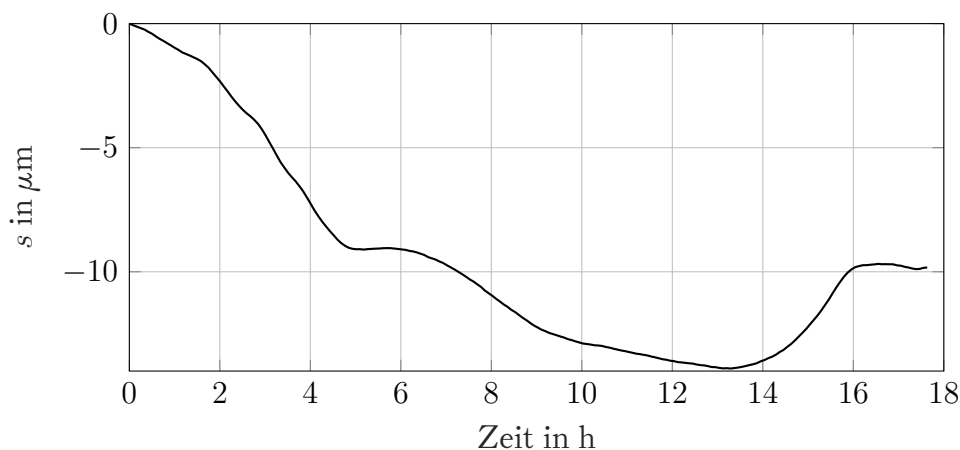


Abbildung 6.6: Position des unregulierten Wägebalkens in einer Langzeitmessung

beim Strom  $i_{\text{coil}} = 0$  gemessen um Einflüsse von Stromquelle und Tauchspulenantrieb auszuschließen. Die Messung zeigt eine Drift von ca.  $15 \mu\text{m}$ , was durch die Steifigkeit des Gelenks zu einer Kraft von  $1,2 \mu\text{N}$  führt. Auf die Cantileverkalibrierung haben jedoch nur die Änderungen während eines Messzyklus Einfluss. Denn die Steifigkeit wird nicht aus den absoluten Kräften ermittelt, sondern aus den Kraftänderungen. Des Weiteren werden bei der Cantileverkalibrierung die Kräfte des Be- und Entlastens für jeden Messzyklus gemittelt, wodurch eine lineare Drift in dieser Zeit kompensiert wird. Um den Einfluss der Drift auf die Cantileverkalibrierung zu untersuchen, wurde die Langzeitmessung der Nullposition in 2 min Abschnitte unterteilt und jeweils der lineare Anteil der Drift abgezogen. In Abbildung 6.7 ist die verbleibenden Standardabweichung für jeden dieser Abschnitte dargestellt. Diese Positionsabweichungen

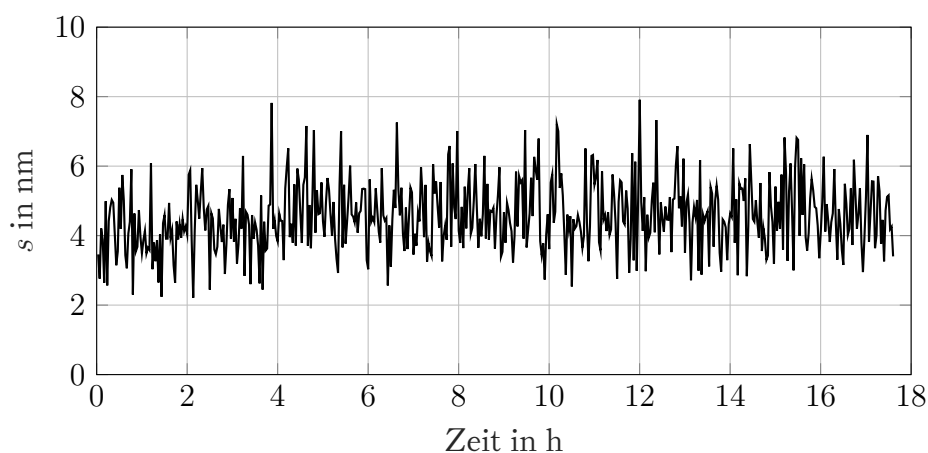


Abbildung 6.7: Standardabweichung der Nullposition während eines 2 min Lastzyklus nach Abzug einer linearen Drift

führen im geregelten Betrieb zu einer Drift der Kraft um ca. 3,7 nN pro Messzyklus.

### 6.2.5 Kriechen

In Kapitel 4.2.4 wurde das Kriechverhalten des Festkörpergelenks untersucht. Um dessen Einfluss auf die Kraftmessung während der Cantileverkalibrierung abzuschätzen, sind in Abbildung 6.8 die Messdaten des Interferometers dargestellt. Dabei handelt es sich um das Einschwingverhalten der geregelten Wägezelle nach einer Änderung der Cantileverposition. Das sprunghafte Auslenken des Wägebalkens wurde

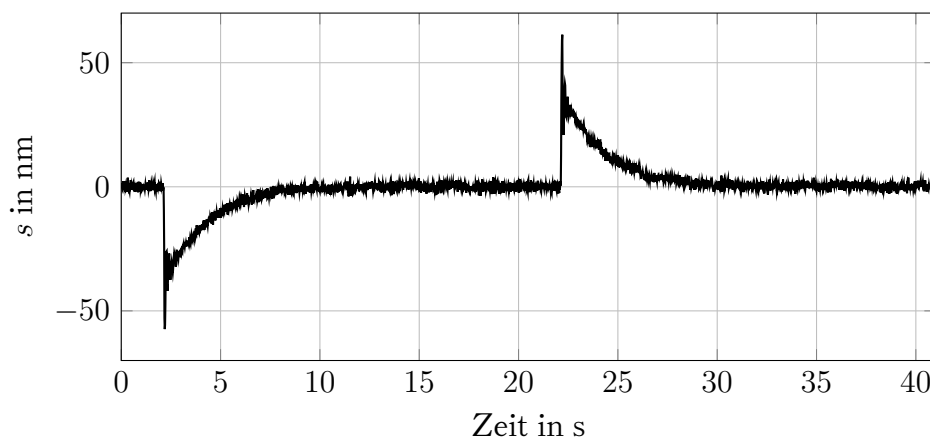


Abbildung 6.8: Einschwingverhalten der geregelten Wägezelle nach je einem Be- und Entlastungsschritt

durch je einen Be- und Entlastungsschritt verursacht. Der verwendete Cantilever ist besonders steif, wodurch es zu einer großen Auslenkung und einer langen Einschwingzeit kommt. Anhand dieser Messung lässt sich die maximale Auslenkung des Wägebalkens während einer Cantileverkalibrierung abschätzen. Nimmt man ein relatives Kriechen von  $4 \cdot 10^{-3}$  an, ergibt sich bei einer maximalen Auslenkung von 60 nm ein Kriechen von 240 pm bzw. 193 pN. Es gibt drei Möglichkeiten den Einfluss des Kriechens auf die Messung zu verringern. Die initiale Auslenkung kann durch einen aggressiveren Regler bzw. langsamere Lastwechsel verringert werden. Es kann ein anderes Material für das Festkörpergelenk werden welches geringeres Kriechen ausweist. Als dritte Option kann nach jedem Lastwechsel eine gewisse Zeit gewartet werden bis die elastischen Nachwirkungen abgeklungen sind. Allerdings sorgen zu lange Messdauern wiederum zu einem höheren Einfluss der Nullpunktdrift.

### 6.3 Steifigkeitsmessung

Die Cantileversteifigkeit errechnet sich nach Gleichung 2.1 aus dem Verhältnis von Kraft und Weg. Berücksichtigt man die beschriebenen Einflussgrößen, ergibt sich daraus folgende Gleichung.

$$c_{\text{canti}} = \frac{B\ell_{\text{WZ}} \cdot i_{\text{coil}} \cdot f_{\alpha} \cdot f_{\beta} \cdot f_{\Delta} + s_{\text{bal}} \cdot c_{\text{joint}} + \delta F}{(s_{\text{inf}} + \Delta s_{\text{inf}}) f_{\gamma}}$$

Einige Einflussgrößen, wie beispielsweise die Linearitätsabweichung des Interferometers, liefern unabhängig von der Cantileverkraft einen konstanten Unsicherheitsbeitrag. Die relative Messunsicherheit der Steifigkeit ist daher abhängig von der angewendeten Kalibrierkraft. Große Kalibrierkräfte senken die relative Messunsicherheit, führen gegebenenfalls aber zum Spitzenverschleiß. Es lässt sich zudem feststellen, dass auch die Cantileversteifigkeit einen Einfluss auf die Messunsicherheitsbeiträge hat. Ein steifer Cantilever lenkt bei der gleichen Kalibrierkraft weniger aus, sodass sich der Einfluss der Interferometermessung auf die Steifigkeitsmessung erhöht. Des Weiteren verlängert sich bei steifen Cantilevern die Einschwingzeit der Wägezelle durch die höhere Gesamtsteifigkeit (siehe: Kapitel 3.6.3).

Während der Kalibrierung durchläuft der Cantilever Lastzyklen in denen er stufenweise be- und entlastet wird. Für jeden Zyklus wird die Kraft-Weg-Kennlinie ermittelt und durch eine lineare Regressionsgerade angenähert. Die Residuen zeigen keine Systematik und werden im Messunsicherheitsbudget mit dem Beitrag  $\delta F$  berücksichtigt. Darin sind die Einflussgrößen: Kraftauflösung, Nullpunktdrift und Kriechen enthalten. Zudem scheint es noch weitere Einflüsse zu geben, da dieser Beitrag mit steigender Kraft zunimmt. Mögliche Ursachen dafür sind die Hertzsche Pressung [35] und die Änderung der lateralen Spitzenposition auf dem Taster. In diesem Beitrag wird außerdem der nichtlineare Verlauf der Kraft-Weg-Kennlinie durch große Auslenkungen berücksichtigt.

Der Erwartungswert für die Cantileversteifigkeit entspricht dem Mittelwert der gefundenen Anstiege. Im Messunsicherheitsbudget wird zudem die Unsicherheit des Mittelwertes  $\delta c_{\text{canti}} = \frac{0,29 \text{ mN/m}}{\sqrt{337}}$  berücksichtigt. In Tabelle 6.3 ist das Messunsicherheitsbudget für die in Kapitel 5.1.1 vorgestellte Messung von Cantilever 1 gezeigt. Die Steifigkeit dieses Cantilevers wurde durch den Prüfstand mit einer kombinierten relativen Messunsicherheit von 1,5 % ( $k = 2$ ) bestimmt. Zu dieser großen relativen Messunsicherheit kommt es aufgrund der geringen Kalibrierkraft von  $<100 \text{ nN}$ . Der überwiegende Anteil der Messunsicherheit kommt durch die Regressionsabweichun-



Tabelle 6.3: Messunsicherheitsbudget für die Kalibrierung eines weichen Cantilevers mit geringer Kraft

Messgröße	Erwartungswert	Unsicherheit	rel. Unsicherheits- beitrag: $\frac{\Delta c_{\text{canti}}}{c_{\text{canti}}}$
$F_{\text{canti}}$	59,58 nN	0,45 nN	$7,5 \cdot 10^{-3}$
$B\ell_{1\text{WZ}}$	25,905 mN/A	$39,3 \mu\text{N/A}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$
$i_{1\text{WZ}}$	$2,300 \mu\text{A}$	4,06 nA	$1,8 \cdot 10^{-3}$
$\delta F$	0 nN	0,42 nN	$7,0 \cdot 10^{-3}$
$s_{\text{bal}}$	0 nm	78,8 pm	$1,1 \cdot 10^{-3}$
$\alpha$	$0^\circ$	$2^\circ \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$2,3 \cdot 10^{-4}$
$\beta$	$0^\circ$	$0,5^\circ \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$8,8 \cdot 10^{-4}$
$\Delta r_{\text{canti}}$	$0 \mu\text{m}$	$3,3 \mu\text{m} \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$1,9 \cdot 10^{-5}$
$s_{\text{canti}}$	$3,052 \mu\text{m}$	3,00 nm	$9,8 \cdot 10^{-4}$
$s_{\text{inf}}$	$3,052 \mu\text{m}$	6,7 pm	$2,2 \cdot 10^{-6}$
$\Delta s_{\text{inf}}$	0 nm	3,00 nm	$9,8 \cdot 10^{-4}$
$\gamma$	$0^\circ$	$30' \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$7,3 \cdot 10^{-6}$
$\delta c_{\text{canti}}$	0 mN/m	$16,1 \mu\text{N/m}$	$8,2 \cdot 10^{-4}$
$c_{\text{canti}}$	19,52 mN/m	0,15 mN/m	$7,6 \cdot 10^{-3}$

gen bei der Kraftmessung  $\delta F$  zustande.

In einer zweiten Messung wurde ein deutlich steiferer Cantilever mit einer wesentlich größeren Kraft kalibriert. Dadurch verringert sich der Anteil der Regressionsabweichungen signifikant. In Tabelle 6.4 sind alle Einflussgrößen und deren Beiträge zur Messunsicherheit der Steifigkeit zusammengefasst. Die kombinierte, relative Messunsicherheit der Cantileversteifigkeit beträgt 0,4 % ( $k = 2$ ). Bei dieser Messung hat sich die Einschwingzeit der Waage durch die erhöhte Gesamtsteifigkeit auf ca. 7 s verlängert. Das äußert sich unter anderem in einer geringfügig größeren Standardabweichung der Balkenposition  $s_{\text{bal}}$ . Es fällt zudem auf, dass der Beitrag der Cantilverneigung durch die geringere Spitzenhöhe deutlich kleiner ausfällt.

Tabelle 6.4: Einflussfaktoren auf die temperaturkorrigierte, effektive Kraftkonstante der 1WZ Wägezelle nach statischer Kalibrierung und deren relativer Unsicherheitsbeitrag

Messgröße	Erwartungswert	Unsicherheit	rel. Unsicherheits- beitrag: $\frac{\Delta c_{\text{canti}}}{c_{\text{canti}}}$
$F_{\text{canti}}$	$9,173 \mu\text{N}$	$14,7 \text{ nN}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$
$B\ell_{1\text{WZ}}$	$25,905 \text{ mN/A}$	$39,3 \mu\text{N/A}$	$1,5 \cdot 10^{-3}$
$i_{1\text{WZ}}$	$354,13 \mu\text{A}$	$29,3 \text{ nA}$	$8,3 \cdot 10^{-5}$
$\delta F$	$0 \text{ nN}$	$3,72 \text{ nN}$	$4,1 \cdot 10^{-4}$
$s_{\text{bal}}$	$0 \text{ nm}$	$185,1 \text{ pm}$	$1,6 \cdot 10^{-5}$
$\alpha$	$0^\circ$	$2^\circ \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$2,3 \cdot 10^{-4}$
$\beta$	$0^\circ$	$0,5^\circ \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$1,9 \cdot 10^{-4}$
$\Delta r_{\text{canti}}$	$0 \mu\text{m}$	$3,3 \mu\text{m} \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$1,9 \cdot 10^{-5}$
$s_{\text{canti}}$	$2,405 \mu\text{m}$	$3,00 \text{ nm}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$
$s_{\text{inf}}$	$2,405 \mu\text{m}$	$5,3 \text{ pm}$	$1,6 \cdot 10^{-5}$
$\Delta s_{\text{inf}}$	$0 \text{ nm}$	$3,00 \text{ nm}$	$1,2 \cdot 10^{-3}$
$\gamma$	$0^\circ$	$30' \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$7,3 \cdot 10^{-6}$
$\delta c_{\text{canti}}$	$0 \text{ mN/m}$	$0,71 \mu\text{N/m}$	$1,9 \cdot 10^{-5}$
$c_{\text{canti}}$	$3,8668 \text{ N/m}$	$7,7 \text{ mN/m}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

### 7.1 Zusammenfassung

Zum Messen von Kräften im Bereich weniger Nanonewton werden typischerweise AFM-Cantilever verwendet deren Verbiegung in guter Näherung proportional zur angreifenden Kraft ist. Aufgrund von Fertigungstoleranzen und Inhomogenitäten im Material kommt es zu großen Unsicherheiten der Cantileversteifigkeit. In der Praxis wird daher die Steifigkeit jedes einzelnen Cantilevers vor dessen Verwendung kalibriert. Es stehen verschiedene Kalibrierverfahren zur Verfügung bei denen Parameter des Cantilevers gemessen oder abgeschätzt werden. Die geringsten Messunsicherheiten erreichen statisch experimentelle Verfahren, bei denen die Kraft-Weg-Kennlinie des Cantilevers gemessen wird. Dazu wird der Cantilever an einer Führung befestigt und mit der Spitze auf die Waagschale einer Waage gedrückt. Der größte Nachteil dieses Verfahrens ist die potentielle Beschädigung der Spitze durch die Kalibrierkraft. Aus diesem Grund wurde im Rahmen dieser Arbeit ein Cantileverprüfstand entwickelt welcher durch hohe Kraft- und Wegauflösungen eine Kalibrierung mit geringen Kräften ermöglicht.

Der Cantilever wird mithilfe eines Piezoaktors positioniert und dessen Lage durch ein hochauflösendes Differenzinterferometer gemessen. Die Cantileverspitze ist dabei in Kontakt mit dem Taster einer eigens entwickelten EMK-Wägezelle (1WZ) deren Mechanismus aus einem einzigen Drehgelenk besteht. Diese simple Struktur ermöglicht eine hohe Kraftauflösung und macht den Aufbau robust gegenüber Umwelteinflüssen. Ein zweites Differenzinterferometer misst die Position des Wägebalkens und dient als Nulllagenindikator und somit als Führungsgröße für die Regelung des Spulenstroms. Die Differentialgleichung der Wägezelle wird hergeleitet und die Parameter im Experiment identifiziert. Auf dieser Grundlage wird ein PID-Regler entwickelt welcher den Wägebalken während der Kraftmessung in der Nullposition hält. In zwei unabhängigen Experimenten wurde jeweils die Kraftkonstante der Wägezelle gemessen und dabei eine gute Übereinstimmung erzielt. Bei einer Langzeitmessung im Vakuum wurde der Temperaturkoeffizient der Wägezelle bestimmt mit dem die gemessene

Kraft korrigiert wird.

Die Kalibrierung eines weichen Cantilevers ergab eine relative Messunsicherheit von 1,5 % ( $k = 2$ ) bei einer Kalibrierkraft  $< 100$  nN. Anschließende REM-Aufnahmen dieses Cantilevers zeigten keinen feststellbaren Spitzenverschleiß. Durch mehrfaches Messen eines zweiten Cantilevers wurde die Wiederholbarkeit des Prüfstandes gezeigt. Die Vergleichsmessung mit einem anderen Prüfstand ergab zudem eine gute Übereinstimmung.

Die Einflussgrößen auf die Messunsicherheit der Cantileversteifigkeit werden einzeln gemessen bzw. abgeschätzt und für zwei Cantilever in je einem Messunsicherheitsbudget zusammengetragen. Je nach Cantileversteifigkeit und Kalibrierkraft stellen die Regressionsabweichungen, die effektive Kraftkonstante der Wägezelle und die Messung des Spulenstroms den größten Beitrag zur Messunsicherheit der Steifigkeit dar.

## 7.2 Ausblick

Ein erheblicher Unsicherheitsbeitrag der effektiven Kraftkonstante kommt durch die Messung des Stromes während der Kalibrierung zustande. Beim späteren Messen von Kräften führt die Unsicherheit des Spulenstroms zu einem weiteren Unsicherheitsbeitrag. Daher bietet sich die indirekte Strommessung über den Spannungsabfall an einem Shuntwiderstand an. Insbesondere für kleine Ströme reduzieren sich dadurch die Unsicherheiten der Strommessung.

Bei der Kalibrierung der Kraftkonstante stellte sich deren Temperaturabhängigkeit als ein erheblicher Unsicherheitsbeitrag heraus. Es ist davon auszugehen, dass der Temperaturkoeffizient auf das verwendete Material des Dauermagneten, Neodym-Eisen-Bor, zurückzuführen ist. Der Temperaturkoeffizient eines Dauermagneten aus Samarium-Cobalt ist deutlich geringer [79] und für die 1WZ daher geeigneter. Zudem ließe sich durch eine direkte Temperaturmessung im Tauchspulenantrieb die Messunsicherheit weiter verringern.

Bei der Modalanalyse des FE-Modells wurden Eigenfrequenzen ermittelt welche gut mit den gemessenen Störungen übereinstimmen. Besonders die zweite Eigenmode sorgt für ein Rauschen des Stromes und verringert dadurch die Kraftauflösung. Durch Anpassen der Gelenkgeometrie lässt sich bei gleichbleibender Biegesteifigkeit die Torsionssteifigkeit erhöhen und somit der Einfluss der zweiten Eigenmode reduzieren. Das ist beispielsweise durch einen größeren Abstand zwischen den zwei Teilen des Festkörpergelenks möglich.

Weiteres Optimierungspotenzial besteht beim verwendeten Regler. Mit einer höheren Regelfrequenz wäre dieser im Stande die Schwingung der zweiten Eigenmode stärker zu dämpfen und somit das Kraustrauchen zu reduzieren. Zudem ist die Verwendung eines Beobachters denkbar welcher die Gesamtsteifigkeit während der Messung schätzt und die Regelparameter nachführt. In [13] wird ein solches Regelungskonzept theoretisch beschrieben und Simulationsergebnisse präsentiert.

In Wägezellen zum Messen kleiner Kräfte wird die Kompensationskraft häufig elektrostatisch erzeugt [12, 60, 86]. Die Kraft ermittelt sich in diesem Fall aus der anliegenden Spannung zwischen den Elektroden. Der 1WZ Wägezelle kann ein solcher Antrieb hinzugefügt werden ohne die Position des Schwerpunkts zu verändern. Die Kraftkonstante eines elektrostatischen Antriebs kann mit wenig Aufwand verändert werden. Das vereinfacht experimentelle Untersuchungen zum Finden eines Optimums zwischen Kraftauflösung und Messbereich.

Ein zusätzlicher Aktor hat zudem den Vorteil, dass unabhängig vom Tauchspulenantrieb eine Kraft erzeugt werden kann. Im Falle der dynamische Kalibrierung kann die notwendige Schwingung des Wägebalkens daher ohne Spulenstrom erzeugt werden. Diese sogenannte Selbstkalibrierung wird in vielen Aufbauten bereits erfolgreich angewendet [32, 53, 79]. Der Vorteil besteht darin, dass die dynamische Kalibrierung der 1WZ keinen Umbau erfordert und daher unmittelbar vor jeder Messung und im Vakuum erfolgen kann.



# Literatur

- [1] Yasuhisa Ando. „The effect of relative humidity on friction and pulloff forces measured on submicronsize asperity arrays“. In: *Wear* 238.1 (2000), S. 12–19.
- [2] ATEC: ATEC-NCAu-10. NANOSENSORS. Rue des Saars 10, Neuchâtel, Switzerland, Jan. 2020.
- [3] Anna Balazs. „International vocabulary of metrology-basic and general concepts and associated terms“. In: *Chemistry International* (2008), S. 20–1.
- [4] Henri Baumann u. a. „Design of the new METAS watt balance experiment Mark II“. In: *Metrologia* 50.3 (2013), S. 235.
- [5] Hanna Sophie Baumgartl. „Optimierung dynamischer Waagen nach dem Prinzip der elektromagnetischen Kraftkompensation mittels numerischer Modelle zur Systemsimulation“. Diss. Technische Universität Ilmenau, 2015.
- [6] Gerd Binnig u. a. „Surface studies by scanning tunneling microscopy“. In: *Physical review letters* 49.1 (1982), S. 57.
- [7] Ludwig Boltzmann. „Ableitung des Stefan’schen Gesetzes, betreffend die Abhängigkeit der Wärmestrahlung von der Temperatur aus der electromagnetischen Lichttheorie“. In: *Annalen der Physik* 258.6 (1884), S. 291–294.
- [8] G Bönsch und E Potulski. „Measurement of the refractive index of air and comparison with modified Edlén’s formulae“. In: *Metrologia* 35.2 (1998), S. 133.
- [9] Roberto Brunelli. *Template matching techniques in computer vision: theory and practice*. John Wiley & Sons, 2009.
- [10] H.-J. Büchner und G. Jäger. „A novel plane mirror interferometer without using corner cube reflectors“. In: *Measurement Science and Technology* 17.4 (2006), S. 746. ISSN: 0957-0233. DOI: 10.1088/0957-0233/17/4/021. URL: <http://stacks.iop.org/0957-0233/17/i=4/a=021> (besucht am 15.08.2017).
- [11] John Canny. „A computational approach to edge detection“. In: *IEEE Transactions on pattern analysis and machine intelligence* 6 (1986), S. 679–698.

- [12] Sheng-Jui Chen und Sheau-Shi Pan. „A force measurement system based on an electrostatic sensing and actuating technique for calibrating force in a micro-newton range with a resolution of nanonewton scale“. In: *Measurement Science and Technology* 22.4 (März 2011). DOI: 10.1088/0957-0233/22/4/045104. URL: <https://doi.org/10.1088/0957-0233/22/4/045104>.
- [13] Valeriya A Cherkasova und Olga I Brikova. „Development and Modeling of an Automatic Drive Micropositioning Control System for Laser Equipment Positioning Tasks“. In: *2019 III International Conference on Control in Technical Systems (CTS)*. IEEE. 2019, S. 118–120.
- [14] JP Cleveland u. a. „A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy“. In: *Review of scientific instruments* 64.2 (1993), S. 403–405.
- [15] Charles A Clifford und Martin P Seah. „The determination of atomic force microscope cantilever spring constants via dimensional methods for nanomechanical analysis“. In: *Nanotechnology* 16.9 (2005), S. 1666.
- [16] Peter J Cumpson, John Hedley und Peter Zhdan. „Accurate force measurement in the atomic force microscope: a microfabricated array of reference springs for easy cantilever calibration“. In: *Nanotechnology* 14.8 (2003), S. 918.
- [17] Maximilian Darnieder u. a. „Static behavior of weighing cells“. In: *Journal of Sensors and Sensor Systems* 7.2 (2018), S. 587–600.
- [18] Keren Deng und Wen H Ko. „A study of static friction between silicon and silicon compounds“. In: *Journal of Micromechanics and Microengineering* 2.1 (1992), S. 14.
- [19] C Diethold u. a. „Determination of force to displacement curves using a nanopositioning system based on electromagnetic force compensated balances“. In: *Measurement* 51 (2014), S. 343–348.
- [20] Christian Diethold u. a. „Determination of AFM-cantilever spring constants using the TU-Ilmenau Force Displacement Measurement Device“. In: *XXI IMEKO World Congress Measurement in Research and Industry*. 2015.
- [21] Christian Diethold u. a. „High precision optical position sensor for electromagnetic force compensated balances“. In: *Proceedings of IMEKO*. 2010.
- [22] EN DIN. 515, Aluminium und Aluminiumlegierungen. 1993.



- [23] DIN EN ISO 376:2011-09: Metallische Werkstoffe - Kalibrierung der Kraftmessgeräte für die Prüfung von Prüfmaschinen mit einachsiger Beanspruchung. Norm. Sep. 2011.
- [24] Lutz Doering u. a. „Calibration of low-force stylus probes“. In: Proceedings of XVIII IMEKO World Congress, Rio de Janeiro, Brasil. 2006.
- [25] Bengt Edlén. „The refractive index of air“. In: Metrologia 2.2 (1966), S. 71.
- [26] Edmund Optics: 5mm Protected Silver Beschichtung,  $\lambda/10$  Spiegel. Edmund Optics GmbH. Isaac-Fulda-Allee 5, 55124 Mainz, Jan. 2020.
- [27] T Fehling, T Fröhlich und Detlef Heydenbluth. „The new sartorius 1 kg-prototype balance for high precision mass determination and research applications“. In: Proceedings of 50th Internationales Wissenschaftliches Kolloquium of Technische Universität Ilmenau. 2005, S. 19–23.
- [28] T Gast. „Eine registrierende Torsionswaage mit elektrischer Kompensation“. In: German Patent (1943).
- [29] Hans-Jürgen Gevatter und Ulrich Grünhaupt. Handbuch der Mess-und Automatisierungstechnik in der Produktion. Springer-Verlag, 2013.
- [30] SV Gupta. Mass metrology. Bd. 155. Springer Science & Business Media, 2012.
- [31] D Haddad u. a. „Invited Article: A precise instrument to determine the Planck constant, and the future kilogram“. In: Review of Scientific Instruments 87.6 (2016), S. 061301.
- [32] Darine Haddad u. a. „First measurements of the flux integral with the NIST-4 watt balance“. In: IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement 64.6 (2015), S. 1642–1649.
- [33] Häfner 20mg Gewichtsstück E0: 10.DBHM-056. Häfner Gewichte GmbH. Hohenhardtsweiler Str. 4, DE-74420 Oberrot, Jan. 2020.
- [34] Lars-Oliver Heim, Michael Kappl und Hans-Jürgen Butt. „Tilt of atomic force microscope cantilevers: effect on spring constant and adhesion measurements“. In: Langmuir 20.7 (2004), S. 2760–2764.
- [35] Heinrich Rudolf Hertz. Über die Berührung fester elastischer Körper und über die Härte. Universitätsbibliothek Johann Christian Senckenberg, 2006.

- [36] Falko Hilbrunner, Ilko Rahneberg und Thomas Fröhlich. „Wattwaage mit Hebelübersetzung auf Basis eines kommerziellen EMK-Wägesystems“. In: *tm-Technisches Messen* (2017).
- [37] Falko Hilbrunner, Hanna Weis und Thomas Fröhlich. „Parameterization and optimisation of EMC balances based on the frequency response of the impedance“. In: *Measurement* 51 (2014), S. 349–355.
- [38] HP Universal Source: 3245a. HP Deutschland GmbH. Schickardstraße 32, 71034 Böblingen, Deutschland, Feb. 2020.
- [39] Andy Hunt und Cross Anthony. *Guide to the Measurement of Force*. 87 Gower Street, London, England: NPL, 2013.
- [40] Jeffrey L Hutter. „Comment on tilt of atomic force microscope cantilevers: effect on spring constant and adhesion measurements“. In: *Langmuir* 21.6 (2005), S. 2630–2632.
- [41] IMS Deutschland: EN AW-7075 AlZnMgCu1,5. IMS Deutschland GmbH. Hamborner Straße 55, 40472 Düsseldorf, Jan. 2020.
- [42] Jile Jiang, Gang Hu und Zhimin Zhang. „Realization of an SI traceable small force of 10 to 100 micro-Newton using an electrostatic measuring system“. In: *ACTA IMEKO* 6.2 (2017), S. 4–7.
- [43] BP Kibble, IA Robinson und JH Belliss. „A realization of the SI watt by the NPL moving-coil balance“. In: *Metrologia* 27.4 (1990), S. 173.
- [44] Min-Seok Kim u. a. „Atomic force microscope cantilever calibration device for quantified force metrology at micro-or nano-scale regime: the nano force calibrator (NFC)“. In: *Metrologia* 43.5 (2006), S. 389.
- [45] Min-Seok Kim u. a. „Report on the first international comparison of small force facilities: a pilot study at the micronewton level“. In: *Metrologia* 49.1 (2011), S. 70.
- [46] Min-Seok Kim u. a. „SI-traceable determination of spring constants of various atomic force microscope cantilevers with a small uncertainty of 1%“. In: *Measurement Science and Technology* 18.11 (2007), S. 3351.
- [47] Manfred Kochsiek. „Measurement of water adsorption layers on metal surfaces“. In: *Metrologia* 18.3 (1982), S. 153.

- [48] S. Kucharski u. a. „Decrease of Nano-hardness at Ultra-low Indentation Depths in Copper Single Crystal“. In: *Experimental Mechanics* 56.3 (März 2016), S. 381–393. ISSN: 0014-4851, 1741-2765. DOI: 10.1007/s11340-015-0105-2. URL: <http://link.springer.com/10.1007/s11340-015-0105-2> (besucht am 10.07.2017).
- [49] Dipl.-Ing Michael Kühnel. „Rückführbare Messung der mechanischen Eigenschaften von Federkörpern für die Kraftmesstechnik“. Diss. 2013.
- [50] Sebastian Linß. „Ein Beitrag zur geometrischen Gestaltung und Optimierung prismatischer Festkörpergelenke in nachgiebigen Koppelmechanismen“. Diss. Ilmenau, Techn. Univ., Diss., 2015, 2015.
- [51] Klaus Lüders und Robert O Pohl. *Pohls Einführung in die Physik: Band 1: Mechanik, Akustik und Wärmelehre*. Springer-Verlag, 2009.
- [52] Magnetkontor: NdFeB N45 Scheibenmagnet. BR Technik Kontor GmbH. Mühlenstraße 12, 24986 Mittelangeln, Deutschland, Jan. 2020.
- [53] Rafael Ramos Marangoni u. a. „Traceable Multicomponent Force and Torque Measurement“. Diss. 2019.
- [54] M Marchetti, GJL Wuite und WH Roos. „Atomic force microscopy observation and characterization of single virions and virus-like particles by nano-indentation“. In: *Current opinion in virology* 18 (2016), S. 82–88.
- [55] RB Marcus u. a. „Formation of silicon tips with < 1 nm radius“. In: *Applied Physics Letters* 56.3 (1990), S. 236–238.
- [56] John Melcher u. a. „A self-calibrating optomechanical force sensor with femtonewton resolution“. In: *Applied Physics Letters* 105.23 (2014), S. 233109.
- [57] Mettler-Toledo: XPR2U. Mettler-Toledo GmbH. Ockerweg 3, 35396 Gießen Deutschland, Dez. 2019.
- [58] Albert A Michelson. „XXVIII. Interference phenomena in a new form of refractometer“. In: *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science* 13.81 (1882), S. 236–242.
- [59] Moticont: LVCM-010-013-01. Moticont. Van Nuys, CA 91406, USA, Jan. 2020.
- [60] V Nesterov u. a. „A new facility to realize a nanonewton force standard based on electrostatic methods“. In: *Metrologia* 46.3 (2009), S. 277.

- [61] V Nesterov u. a. „SI-traceable determination of the spring constant of a soft cantilever using the nanonewton force facility based on electrostatic methods“. In: *Metrologia* 53.4 (2016), S. 1031.
- [62] Jonas M Neumeister und William A Ducker. „Lateral, normal, and longitudinal spring constants of atomic force microscopy cantilevers“. In: *Review of Scientific Instruments* 65.8 (1994), S. 2527–2531.
- [63] Thi-Huong Nguyen. „Single-molecule force spectroscopy applied to heparin-induced thrombocytopenia“. In: *Journal of Molecular Recognition* 30.3 (2017), e2585.
- [64] Thi-Huong Nguyen u. a. „Measuring single small molecule binding via rupture forces of a split aptamer“. In: *Journal of the American Chemical Society* 133.7 (2011), S. 2025–2027.
- [65] OIML R 111-1. 2004.
- [66] Olympus Micro Cantilever: BL-RC150VB-HW / 210. MEMS15E. OLYMPUS CORPORATION. 2-3 Kuboyama-chi, Hachioji-shi, Tokyo 192-8512 Japan, Juli 2012.
- [67] Wolfgang Ott u. a. „Single-molecule force spectroscopy on polyproteins and receptor–ligand complexes: The current toolbox“. In: *Journal of structural biology* 197.1 (2017), S. 3–12.
- [68] Oxford Instruments: AC160TS-R3. OLYMPUS OMCL-AC. Oxford Instruments Asylum Research, Inc. 6310 Hollister Ave, Santa Barbara, California 93117, Nov. 2019.
- [69] Jerome M Paros. „How to design flexure hinges“. In: *MACHINE DESIGN* 37 (1965), S. 151–156.
- [70] PI: Linearer Präzisionspositionierer P-621.1CD. Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG. Auf der Römerstraße 1, 76228 Karlsruhe, Jan. 2020.
- [71] PI: Präzisions-Mikrostelltisch M-126. Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG. Auf der Römerstraße 1, 76228 Karlsruhe, Jan. 2020.
- [72] PI: Präzisions-Mikrostelltisch M-403. Physik Instrumente (PI) GmbH & Co. KG. Auf der Römerstraße 1, 76228 Karlsruhe, Jan. 2020.
- [73] A. Picard. „The BIPM flexure-strip balance FB-2“. In: *Metrologia* 41.4 (2004), S. 319. ISSN: 0026-1394. DOI: 10.1088/0026-1394/41/4/014. URL: <http://stacks.iop.org/0026-1394/41/i=4/a=014> (besucht am 30.06.2017).

- [74] Jon R Pratt u. a. „Review of SI traceable force metrology for instrumented indentation and atomic force microscopy“. In: Measurement science and technology 16.11 (2005), S. 2129.
- [75] Jon R. Pratt, David B. Newell und John A. Kramar. „A flexure balance with adjustable restoring torque for nanonewton force measurement“. In: VDI BE-RICHT 1685 (2002), S. 77–82. URL: <http://www.academia.edu/download/41482691/IMEKO-TC3-2002-030.pdf> (besucht am 30.06.2017).
- [76] T. J. Quinn. „The beam balance as an instrument for very precise weighing“. In: Measurement Science and Technology 3.2 (1992), S. 141. URL: <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0957-0233/3/2/001/meta> (besucht am 30.06.2017).
- [77] Ivo W Rangelow u. a. „Active scanning probes: A versatile toolkit for fast imaging and emerging nanofabrication“. In: Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena 35.6 (2017), 06G101.
- [78] IA Robinson. „Towards the redefinition of the kilogram: a measurement of the Planck constant using the NPL Mark II watt balance“. In: Metrologia 49.1 (2011), S. 113.
- [79] Ian A Robinson und Stephan Schlamminger. „The watt or Kibble balance: a technique for implementing the new SI definition of the unit of mass“. In: Metrologia 53.5 (2016), A46.
- [80] John Elie Sader und Lee White. „Theoretical analysis of the static deflection of plates for atomic force microscope applications“. In: Journal of Applied physics 74.1 (1993), S. 1–9.
- [81] Sartorius Wägezelle: WZ215-CW. Sartorius Lab Instruments GmbH&Co.KG. Weender Landstrasse 94- 0837075 Göttingen, Deutschland, Dez. 2019.
- [82] Jan Schleichert. „Entwicklung und Untersuchung von Mehrkomponentensensoren für Kraft und Drehmoment“. Diss. 2016.
- [83] P. Seibt. Algorithmic Information Theory: Mathematics of Digital Information Processing. Signals and Communication Technology. Springer Berlin Heidelberg, 2007. ISBN: 9783540332190. URL: [https://books.google.de/books?id=9aFMR0ZL%5C\\_GUC](https://books.google.de/books?id=9aFMR0ZL%5C_GUC).

- [84] Gordon A Shaw. „Current state of the art in small mass and force metrology within the international system of units“. In: *Measurement Science and Technology* 29.7 (2018), S. 072001.
- [85] Gordon A Shaw, J Kramar und J Pratt. „SI-traceable spring constant calibration of microfabricated cantilevers for small force measurement“. In: *Experimental mechanics* 47.1 (2007), S. 143–151.
- [86] Gordon A Shaw u. a. „Milligram mass metrology using an electrostatic force balance“. In: *Metrologia* 53.5 (2016), A86.
- [87] SIOS Differenz-Interferometer: SP 2000 DI. SIOS Meßtechnik GmbH. Am Vogelherd 46, 98693, Ilmenau, Jan. 2020.
- [88] Yunpeng Song u. a. „Accurate calibration and uncertainty estimation of the normal spring constant of various AFM cantilevers“. In: *Sensors* 15.3 (2015), S. 5865–5883.
- [89] Yunpeng Song u. a. „Calibration of the lateral spring constant of atomic force microscope cantilevers“. In: *Applied Optics and Photonics China (AOPC2015)*. International Society for Optics und Photonics. 2015, 96730B–96730B.
- [90] Synton Taster: Flattop. Synton-MDP AG. Helmstrasse 1, 2562 Port, Schweiz, Feb. 2020.
- [91] Swee Ching Tan, Hangbo Zhao und Carl V Thompson. „Fabrication of high aspect ratio AFM probes with different materials inspired by TEM lift-out method“. In: *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena* 34.5 (2016), S. 051805.
- [92] Thorlabs: High-Magnification Zoom Lens Systems for Machine Vision: 24x. Thorlabs GmbH. 85232 Bergkirchen, Deutschland, März 2020.
- [93] M Tortonese, RC Barrett und CF Quate. „Atomic resolution with an atomic force microscope using piezoresistive detection“. In: *Applied physics letters* 62.8 (1993), S. 834–836.
- [94] Marco Tortonese und Michael Kirk. „Characterization of application-specific probes for SPMs“. In: *Micromachining and Imaging*. Bd. 3009. International Society for Optics und Photonics. 1997, S. 53–60.
- [95] Yung-Cheng Wang. „Präzisionsprüfgerät für Nanomesstaster“. Diss. 2003.

- 
- [96] Paul West und Natalia Starostina. „Atomic Force Microscopy“. In: *Advanced materials & processes* 162.2 (2004), S. 35–37.
  - [97] XNC12/Cr-Au. XNC12/Cr-Au. NanoAndMore GmbH. Steinbuehlstr. 735578 Wetzlar, Germany, Nov. 2019.
  - [98] Andrew Yacoot und Ludger Koenders. „Aspects of scanning force microscope probes and their effects on dimensional measurement“. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 41.10 (2008), S. 103001.
  - [99] Christopher D Zangmeister, Jessica A Turner und Jeanne E Pemberton. „Segregation of NaBr in NaBr/NaCl crystals grown from aqueous solutions: Implications for sea salt surface chemistry“. In: *Geophysical research letters* 28.6 (2001), S. 995–998.





# Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematischer Aufbau eines Rasterkraftmikroskops (AFM).	3
2.2	Beispiele für die Diversität von Cantilevern	5
2.3	Statisch experimentelle Cantileverkalibrierung	6
2.4	Spitzenverschleiß einer Cantileverspitze	7
2.5	Messbereiche verschiedener Kraftmessprinzipie	9
2.6	Aufbau einer Kraftkompensationswaage	9
2.7	Messablauf der Kraftmessung	10
2.8	Astasierte Wägezelle	12
2.9	Drehmomente auf eine astasierte Wägezelle	13
3.1	Cantileverkalibriereinrichtung	16
3.2	Vakuumkammer	17
3.3	Eingelenkige Wäzegelle	19
3.4	Festkörpergelenk	19
3.5	Drehlagen Wägezelle	20
3.6	Schwerpunktjustierung	21
3.7	Justierung des Schwerpunktes	21
3.8	CAD-Modell der Wägezelle	22
3.9	Taster	23
3.10	Thermisches Modell der Wägezelle	25
3.11	Thermisches Modell der Wägezelle in Vakuum	26
3.12	Bestromung der Spule	27
3.13	Schlitzblende	29
3.14	Differenzinterferometer	30
3.15	Metrologische Kette	32
3.16	Seitenansicht Cantilever	34
3.17	Draufsicht Cantilever	34
3.18	Aufbau: statische Kalibrierung	36
3.19	Versuchsaufbau statische Kalibrierung	36

3.20 Rohdaten der statischen Kalibrierung . . . . .	37
3.21 Messung statische Kalibrierung . . . . .	38
3.22 Langzeitmessung der statischen Kraftkonstante . . . . .	39
3.23 Aufbau: dynamische Kalibrierung . . . . .	40
3.24 Vektordiagramm der Spulenspannung . . . . .	41
3.25 Rohdaten der dynamischen Kalibrierung . . . . .	42
3.26 Wiederholungsmessung der dynamischen Kraftkonstante . . . . .	44
3.27 Starrkörpermodell des Wägebalkens . . . . .	45
3.28 Sprungantwort . . . . .	46
3.29 Dämpfung mit und ohne Magneten . . . . .	47
3.30 Vergleich von Messung und Simulation der Regelung . . . . .	48
3.31 Blockschaltbild . . . . .	48
3.32 Einfluss der Cantileversteifigkeit auf die Regelug . . . . .	49
4.1 Kalibrierung der WZ2P mit Prüfgewicht . . . . .	52
4.2 effektive Kraftkonstante der WZ2P . . . . .	53
4.3 Linearität der WZ2P . . . . .	53
4.4 Kalibrierung des Hebelverhältnisses . . . . .	54
4.5 Drahtgewicht . . . . .	56
4.6 Einfluss der Temperatur auf die effektive Kraftkonstante . . . . .	56
4.7 Steifigkeit der Wägezelle am Taster . . . . .	58
4.8 Kriechen der Wägezelle . . . . .	58
4.9 Position des Wägebalkens im ungeregelten Betrieb . . . . .	60
4.10 Eigenmoden des Wägebalkens . . . . .	60
4.11 FFT der Position im ungeregelten Betrieb . . . . .	61
4.12 Fehlpositionierung des Cantilevers . . . . .	62
4.13 Neigungswinkel des Cantilevers . . . . .	64
4.14 Neigungseinfluss auf die Cantileversteifigkeit . . . . .	65
4.15 Mechanisches Modell des Cantilever . . . . .	66
4.16 Einfluss des Antastwinkels auf die gemessene Steifigkeit . . . . .	67
4.17 Messung der Spitzenhöhe . . . . .	67
5.1 Rohdaten der Cantilever Kalibrierung . . . . .	70
5.2 Kraft-Weg-Kennlinie Cantilever 1 . . . . .	70
5.3 Langzeitmessung der Cantileversteifigkeit . . . . .	71
5.4 Spitzenverschleiß nach Cantilevermessung . . . . .	72
5.5 Perspektive REM-Aufnahme . . . . .	72

---

5.6	Wiederholbarkeit Cantileverkalibrierung . . . . .	73
5.7	Fehlerbalken Cantileverkalibrierung . . . . .	73
5.8	Kraft-Weg-Kennlinie Cantilever 2 . . . . .	74
5.9	Große Auslenkung des Cantilevers . . . . .	75
6.1	Langzeitmessung der Umweltparameter . . . . .	79
6.2	Nullpunktdrift der Cantileverposition . . . . .	79
6.3	Lissajous-Figur mit Phasenabweichung . . . . .	80
6.4	Übersicht über geometrische Unsicherheiten . . . . .	82
6.5	Stabilität der Nulllage des Wägebalkens . . . . .	85
6.6	Langzeitmessung der unregelmäßigen Balkenposition . . . . .	86
6.7	Drift während eines Messzyklus . . . . .	86
6.8	Einschwingverhalten der Wägezelle . . . . .	87



# Tabellenverzeichnis

6.1	Unsicherheit der Interferometer durch die Wellenlänge . . . . .	78
6.2	Unsicherheit der temperaturkorrigierten Kraftkonstante . . . . .	84
6.3	Messunsicherheitsbudget des weichen Cantilevers . . . . .	89
6.4	Unsicherheit der temperaturkorrigierten Kraftkonstante . . . . .	90

